

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université A MIRA-BEJAIA



Faculté technologies

Département des Génie des Procédés

## Mémoire de fin de Cycle

Pour l'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés

Option : Génie Chimique

Présenté par

M<sup>elle</sup> CHOULLIT Thiziri & M<sup>elle</sup> KACI Lydia

Thème :

*Suivi des paramètres physico-chimiques du raffinage des huiles de soja et colza au niveau de « Cevital »*

Soutenue le 01/07/2023

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
Mme BOURAS Kahina	MCA	Université de Bejaia	Présidente
Mme BENMERAD Chadia	MCA	Université de Bejaia	Examinatrice
Mme AGUERSSIF Nadia	MCB	Université de Bejaia	Promotrice

**Promotion : 2022-2023**

# *Remerciements*

*En premier lieu, nous tenons à remercier infiniment notre promotrice : Madame AGUERSSIF Nadia pour sa disponibilité, son dévouement et les efforts fournis pour nous conseiller et nous guider avec patience jusqu'au bout de notre travail.*

*Nos remerciements et reconnaissances les plus distinguées au personnel de la raffinerie d'huile de Cevital qui nous a facilité l'accès à tout ce dont on avait besoin dans notre étude, à sa tête M. Bezzi Zahir et M. Amir khelfa*

*Nous tenons aussi à remercier les membres de jury qui ont accepté d'examiner ce simple travail.*

*Enfin un grand merci à tous ceux qui ont aidé de près ou de loin pour l'accomplissement de ce travail.*

# *Dédicace*

*Je tiens à dédier cet humble travail à toute personne  
m'ayant soutenu et encouragé pour me voir réussir  
aujourd'hui, en particulier*

*A mes parents, les deux êtres les plus chers à mon cœur  
qui étaient toujours à mes côtés pour me soutenir et  
m'encourager à me battre sans jamais m'arrêter à mi-  
chemin, que dieu vous protège,*

*A mon cher petit frère Zaid,*

*A mes chères sœurs Zohra, wahiba et Warda,*

*A mon cher fiancé Abdellah et sa famille,*

*A mes chères grands-mères, que Dieu veille sur vous,*

*Et ma binôme Lydia et sa famille.*



*- Thiziri -*

# *Dédicace*

*Je remercie dieu le tout puissant de m'avoir donné la force et le courage pour finir ce modeste travail, que je dédie à **mes chéris parents** qui ont toujours été là à nos côtés et qui m'ont fait confiance, je prie dieu de vous protéger*

*A mes chéris frères : **Sofiane, Massi et Yacine***

*Qui m'ont encouragé moralement et matériellement, je prie dieu de les protéger*

*Et mes chéries sœurs : **Feriel, Chanaze et Dida** et sa famille « **Mouhande Arezki** et ma princesse **Riham** », je prie dieu les protéger*

*Je ne peux pas vous remercier assez pour tout ce que vous avez fait pour moi, et pour ce que vous faites jusqu'à présent, que Dieu vous protège tous.*

*A mon chérie deuxième famille **Samira, Kamilia, Eline et Brahim.***

*Et je remercie aussi **Walid, Yakoub et Najwa** qui m'a beaucoup aidé.*

*Et toute ma famille sans exception*

*Et tous mes amis « **Zahra, souad, Syla, Smina, Zaza, Lila, Fati, Nawel, siham, Natacha, Nassima, Adja, Raouf** »*

*À ma partenaire de travail **theziri**, je n'aurai pas pu être plus ravie*

*D'avoir partagé ce travail avec toi ; et ta familles.*

*A ceux qui m'ont encouragé et soutenu dans mes moments les plus durs.*

**Je vous aime**



*- Lydia -*

# *Sommaire*

**Remerciements**

**Dédicace**

**Dédicace**

**Sommaire**

Liste d'abréviation

Liste des tableaux

Liste des figures

**Introduction Générale..... 1**

*Chapitre I*

*Généralités sur les corps gras*

I.1 Présentation de CEVITAL unité de BEJAIA.....	3
I.1.1 Historique.....	3
I.1.2 Activités de l'entreprise.....	4
A. Mission et objectifs de l'entreprise.....	4
B. La production de l'entreprise.....	4
I.2 Généralités sur les corps gras.....	5
I.2.1 Classification des corps gras.....	5
I.2.1.1 Corps gras d'origine végétale.....	5
I.2.1.2 Corps gras d'origine animale.....	5
I.2.2 Composition des corps gras.....	5
I.2.2.1 Les constituants majeurs.....	5
I.2.2.1.1 Triglycérides.....	5
I.2.2.1.2 Acides gras libres.....	6
I.2.2.2 Constituants mineurs.....	7
I.2.3 Propriétés des corps gras.....	7
I.3 Les oléagineux.....	8
I.3.1 Soja.....	9
I.3.1.1 Composition de la graine de soja.....	10
I.3.1.2 Huile de soja.....	11
I.3.1.3 Composition de l'huile de soja.....	11
I.3.2 Colza.....	12
I.3.2.1 Composition de la graine de colza.....	13
I.3.2.2 Huile de colza.....	13

I.3.2.3 Composition de l'huile de colza.....	14
I.4 Extraction de l'huile de soja et colza .....	15
I.4.1 Extraction mécanique.....	15
I.4.1.1 Nettoyage .....	15
I.4.1.2 Broyage – laminage.....	16
I.4.1.3 Cuisson.....	16
I.4.1.4 Pression proprement dite.....	16
I.4.2 Extraction par solvant.....	16
I.5 Raffinage .....	17
I.5.1 Démucilagination ou dégommege.....	17
I.5.2 Neutralisation .....	18
I.5.2.1 But de la neutralisation.....	18
I.5.2.2 Paramètres influençant la neutralisation .....	19
I.5.3 Lavage .....	21
I.5.4 Séchage.....	21
I.5.5 Décoloration .....	22
I.5.6 La désodorisation .....	23
I.6 Raffinage physicochimique.....	24
I.6.1 Raffinage chimique à chaud.....	24
I.6.2 Raffinage physique.....	25

## *Chapitre II*

### *Matériels et méthodes*

II.1 Echantillonnage.....	29
II.2 Méthodes d'analyses physico-chimiques des échantillons d'huile de soja et colza .....	30
II.2.1 Acidité.....	30
II.2.2 Traces de savons .....	31
II.2.3 Indice de peroxyde.....	33
II.2.4 Phosphore.....	35
II.2.5 Humidité .....	36
II.2.6 Couleur.....	37
II.2.7 Impuretés.....	38
II.2.8 Chlorophylles.....	40

*Chapitre III*

*Résultats et discussions*

III.1 Dosages physicochimiques des huiles de colza et soja .....	43
III.1.1 Dosage des huiles de colza et soja par l'acide citrique.....	43
III.1.2 Dosage des huiles de colza et soja par la soude .....	44
III.1.3 Dosage des huiles de colza et soja par la terre décolorante.....	45
III.2 Analyses physicochimiques des huiles de soja et colza .....	46
III.2.1 Evolution de l'acidité au cours du raffinage chimique des huiles de soja et colza. .	46
III.2.2 Evolution du taux de phosphore du raffinage chimique au niveau de la section neutralisation des huiles de soja et colza. ....	48
III.2.3 Evolution des traces des savons au cours des différentes étapes du raffinage chimique au niveau de la section neutralisation des huiles de soja et colza.....	49
III.2.4 Evolution de la couleur au cours du raffinage physique des huiles de soja et colza.	51
III.2.5 Evolution du taux de la chlorophylle au cours du raffinage physique des huiles de soja et colza .....	53
<b>Conclusion Générale.....</b>	<b>54</b>
<b>Liste bibliographie.....</b>	<b>57</b>

**Liste d'abréviation**

**AC** : Acide citrique

**AG** : Acide gras

**AGL** : Acide gras libre

**Be°** : l'échelle de la concentration de la soude NaOH

**DECOLO** : Huile décolorée

**DESODO** : Huile désodorisée

**HB** : Huile brute

**HD** : Huile décolorée.

**HN** : Huile neutralisé

**J** : Jaune

**M1** : Mélangeur n°1

**M2** : Mélanger n°2

**M5** : Mélangeur n°5

**NAOH** : La soude

**R** : Rouge

**S1** : Séparateur n°01

**S2** : Séparateur n°02

**S3** : Séparateur n°03

**TAG** : Triacylglycérol

**TS** : Traces de savon

**Liste des tableaux**

<i>Tableau I-1: Propriétés physico-chimiques des corps gras et leurs caractéristiques.....</i>	8
<i>Tableau I-2: Composition de l'huile de soja en acide gras .....</i>	12
<i>Tableau I-3: Composition de l'huile de colza en acide gras (en %) .....</i>	15
<i>Tableau I-4: Dosages des huiles de colza et soja pendant l'étape de neutralisation.....</i>	25
<i>Tableau I-5: Différents dosages des huiles de colza et soja en terres décolorantes .....</i>	26
<i>Tableau II-1: Points de prélèvements des échantillons de soja et colza et analyses effectuées. ....</i>	29
<i>Tableau III-1: Résultats d'analyses de l'acidité des échantillons d'huiles de soja et colza.....</i>	46
<i>Tableau III-2: Résultats d'analyses du taux de phosphore dans les échantillons d'huiles de soja et colza .....</i>	48
<i>Tableau III-3: Résultats d'analyses des traces de savon des différents échantillons d'huile de soja et colza. ....</i>	49
<i>Tableau III-4: Résultats d'analyses de couleur des échantillons d'huile de soja et colza.</i>	51
<i>Tableau III-5: Résultats du taux de chlorophylle dans les échantillons d'huile de soja et colza.....</i>	53

Liste des figures

<b>Figure I-1</b> : CEVITAL.....	3
<b>Figure I-2</b> : Echantillons d'huiles et mayonnaises produits par CEVITAL .....	4
<b>Figure I-3</b> : Structure d'un triglycéride .....	6
<b>Figure I-4</b> : Structure d'un acide gras saturé et un acide gras insaturé .....	6
<b>Figure I-5</b> : Composition d'un corps gras .....	7
<b>Figure I-6</b> : Quelques exemples de graines oléagineuses .....	9
<b>Figure I-7</b> : <b>a</b> -plante du soja, <b>b</b> -gousse verte de soja, <b>c</b> - graines de soja. ....	10
<b>Figure I-8</b> : Compositions de la graine de soja .....	10
<b>Figure I-9</b> : L'huile brute de soja .....	11
<b>Figure I-10</b> : <b>a</b> -plante du colza, <b>b</b> -gousse verte de colza, <b>c</b> -graines de colza .....	12
<b>Figure I-11</b> : Composition de la graine de colza.....	13
<b>Figure I-12</b> : L'huile brute de colza .....	14
<b>Figure I-13</b> : Démucilagination et neutralisation à chaud.....	20
<b>Figure I-14</b> : Schéma de lavage et séchage .....	21
<b>Figure I-15</b> : Schéma de la décoloration.....	22
<b>Figure I-16</b> : Schéma de filtration de l'huile décolorée .....	23
<b>Figure I-17</b> : Schéma de la désodorisation.....	24
<b>Figure II-1</b> : Colorimètre lovibond.....	38
<b>Figure II-2</b> : Spectrophotomètre UV visible.....	40
<b>Figure III-1</b> : Débit de l'acide citrique ajouté aux huiles de soja et colza pendant le raffinage chimique (Dégommage).....	43
<b>Figure III-2</b> : Débit de NaOH ajouté à l'huile de soja et colza pendant le raffinage chimique.....	44
<b>Figure III-3</b> : Quantité en pourcentage de la terre ajoutée à l'huile de soja et colza pendant le raffinage physique.....	45
<b>Figure III-4</b> : Evolution de l'acidité au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de colza et soja.....	47
<b>Figure III-5</b> : Evolution du taux de phosphore au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de colza et soja.....	48
<b>Figure III-6</b> : Evolution des traces de savon au cours du passage des huiles de colza et soja par la section neutralisation. ....	50
<b>Figure III-7</b> : Evolution de la couleur de l'huile de colza au cours du raffinage physique	51

**Figure III-8** : *Evolution de la couleur de l'huile de soja au cours du raffinage physique.* 52

# *Introduction Générale*

Les corps gras alimentaires, tels que les huiles végétales et animales, les beurres et les margarines, sont des éléments essentiels de notre alimentation en raison de leur apport en matières grasses nécessaires à notre organisme. [1]. Les corps gras alimentaires jouent un rôle nutritionnel crucial en fournissant des acides gras essentiels, des vitamines liposolubles, et ils contribuent également à la texture, à la saveur des aliments et aux techniques culinaires. [2]. Les huiles végétales brutes contiennent des composants mineurs et des contaminants qui nécessitent une élimination. Le raffinage est une technique récente utilisée pour produire des huiles alimentaires attrayantes en termes d'apparence, de goût neutre et d'effet antioxydant. Ce processus implique différents procédés chimiques (dégommage, neutralisation) et physiques (décoloration, désodorisation) qui font partie intégrante du raffinage et visent à conférer aux huiles une saveur légère et une couleur appréciable pour répondre aux attentes des consommateurs

La formation qui s'est déroulée au complexe Cevital de Béjaïa avait pour objectif de superviser le processus de raffinage chimique des huiles végétales de soja et de colza, ainsi que de mener des études physiques et chimiques à différents stades du procédé, allant de l'huile brute à l'huile dégommée ensuite décolorée et enfin désodorisée. L'objectif principal était d'assurer un contrôle de qualité précis et d'analyser les variations des dosages chimiques et physiques tout au long du processus de raffinage.

Le mémoire est structuré en trois chapitres. Le premier chapitre aborde les aspects théoriques généraux concernant les corps gras, en mettant l'accent sur les huiles de soja et de colza, ainsi qu'une présentation des différents types de raffinage, en se concentrant spécifiquement sur le raffinage chimique des huiles de soja et de colza. Le deuxième chapitre présente tout d'abord le complexe "Cevital", suivi des différentes méthodes de dosage utilisées et des analyses effectuées. Enfin, le troisième et dernier chapitre discute des résultats obtenus au cours de cette étude.

# *Chapitre I*

## *Généralités sur les corps gras*

## **I.1 Présentation de CEVITAL unité de BEJAIA**

### **I.1.1 Historique**

CEVITAL est un groupe familial de plusieurs sociétés, crée en 1998 par monsieur Issad Rebrab, c'est le premier acteur économique privé en Algérie, avec une activité multisectorielle, elle contribue largement au développement de l'industrie agroalimentaire nationale et vise à satisfaire le marché national et exporter le surplus, en offrant une large gamme de produits de qualité.

Cette entreprise, située dans la wilaya de Bejaia, s'étant sur une superficie de 45000 m<sup>2</sup>. Elle implantée à proximité du port de Bejaia, c'est une place stratégique qui facilite à l'entreprise de distribuer ses produits dans chaque wilaya du pays ainsi que la réception de la matière première qui rentre dans la fabrication des produits.

Ce complexe a acquis sa place et sa renommée d'aujourd'hui en se forgeant à travers des escales importantes et en s'impliquant fièrement dans le développement et la richesse du pays par la création de l'emploi et le développement du savoir-faire Algérien.



*Figure I-1 : CEVITAL.*

## I.1.2 Activités de l'entreprise

### A. Mission et objectifs de l'entreprise

L'entreprise SPA CEVITAL a comme mission principale de satisfaire les besoins du marché à cela s'ajoute d'autres objectifs complémentaires comme :

- ✚ Accroître ses parts de marché en volume et en valeur.
- ✚ Satisfaire les besoins et attentes des clients en vue de les fidéliser.
- ✚ Lancer de nouveaux produits sur le marché.
- ✚ Etablir d'autres contrats d'exclusivités avec des nouveaux clients.

### B. La production de l'entreprise

L'unité est spécialisée dans :

- ✚ Le raffinage de l'huile.
- ✚ La production de sucre.
- ✚ La production de la margarine.
- ✚ La transformation de fruits en purée (unité d'EL KSEUR).
- ✚ La production de conserves de fruits (Les confitures).
- ✚ La production des sauces (unité d'KL KSEUR).
- ✚ La production des eaux fruitées (unité d'KL KSEUR).



*Figure I-2 : Echantillons d'huiles et mayonnaises produits par CEVITAL*

## **I.2 Généralités sur les corps gras**

Les corps gras se réfèrent à des microgouttelettes de graisses neutres présentes dans certains tissus végétaux et animaux. Ils sont constitués d'une grande variété de composants tels que des triglycérides qui sont hydrophobes et apolaires, des phospholipides, des stérols, des tocophérols, et bien d'autres encore [3].

### **I.2.1 Classification des corps gras**

Les corps gras sont classés selon leur origine :

#### **I.2.1.1 Corps gras d'origine végétale**

Les acides gras d'origine végétale sont extraits de diverses graines riches en matières grasses telle que le colza, le soja et le tournesol, ainsi que de la pulpe de certains fruits tels que l'olive et l'amande [4].

#### **I.2.1.2 Corps gras d'origine animale**

Les acides gras d'origine animale se trouvent dans les tissus adipeux des animaux tels que le porc (saindoux), le bœuf (suif) et le cheval (huile de cheval), ainsi que dans les poissons et mammifères marins (huile de foie de morue) et la vache (beurre) [4].

### **I.2.2 Composition des corps gras**

#### **I.2.2.1 Les constituants majeurs**

##### **I.2.2.1.1 Triglycérides**

Un triglycéride est composé d'une molécule de glycérol (c'est une molécule qui présente trois fonctions alcool) liée à trois molécules d'acides gras semblables ou différents [5].

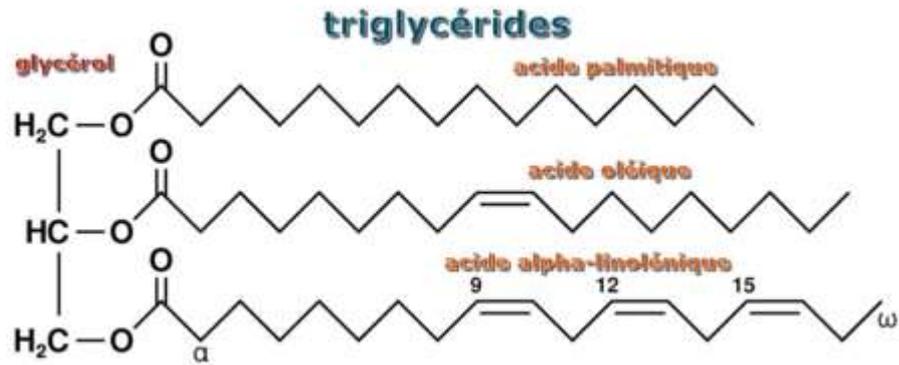


Figure I-3 : Structure d'un triglycéride [5].

### I.2.2.1.2 Acides gras libres

Les acides gras (AG) sont des acides organiques constitués d'atomes de carbone, d'hydrogène et d'oxygène. Ils sont composés d'une chaîne carbonée de longueur variable, ayant presque toujours un nombre pair d'atomes de carbone allant de 4 à 26 atomes, ainsi qu'une extrémité formée par un groupement carboxyle  $-COOH$  polaire donc hydrophile. La chaîne carbonée est apolaire donc lipophile [6].

On peut classer les acides gras en trois grandes familles : les acides gras saturés, les acides gras mono insaturés et les acides gras polyinsaturés [7].

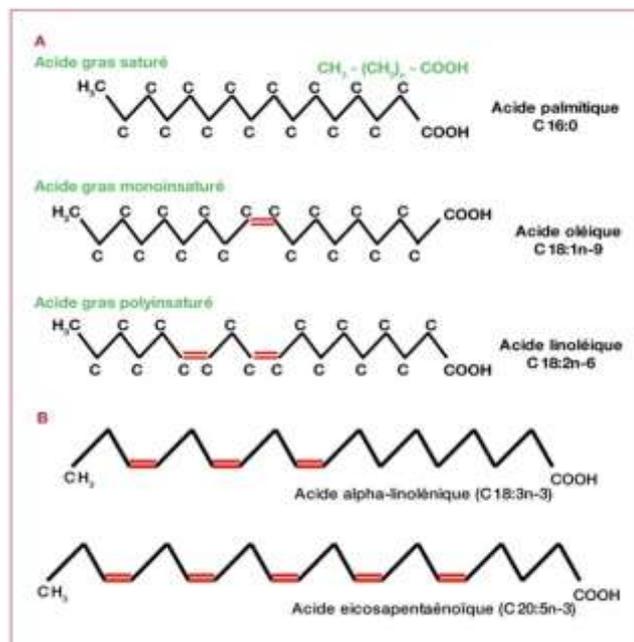


Figure I-4 : Structure d'un acide gras saturé et un acide gras insaturé [7].

### I.2.2.2 Constituants mineurs

La fraction insaponifiable des corps gras, qui représente généralement entre 2% et 10% de leur composition, est constituée d'un ensemble de familles de composés chimiques divers, tels que des hydrocarbures, des tocophérols, des tocotriénols, des phytostéroïdes et des composés phénoliques, ainsi que des pigments tels que les caroténoïdes. Ces composés ont divers rôles, tels que la coloration et l'arôme de l'huile, des propriétés antioxydantes, des activités vitaminiques, ainsi que des effets sur la conservation des corps gras [8].

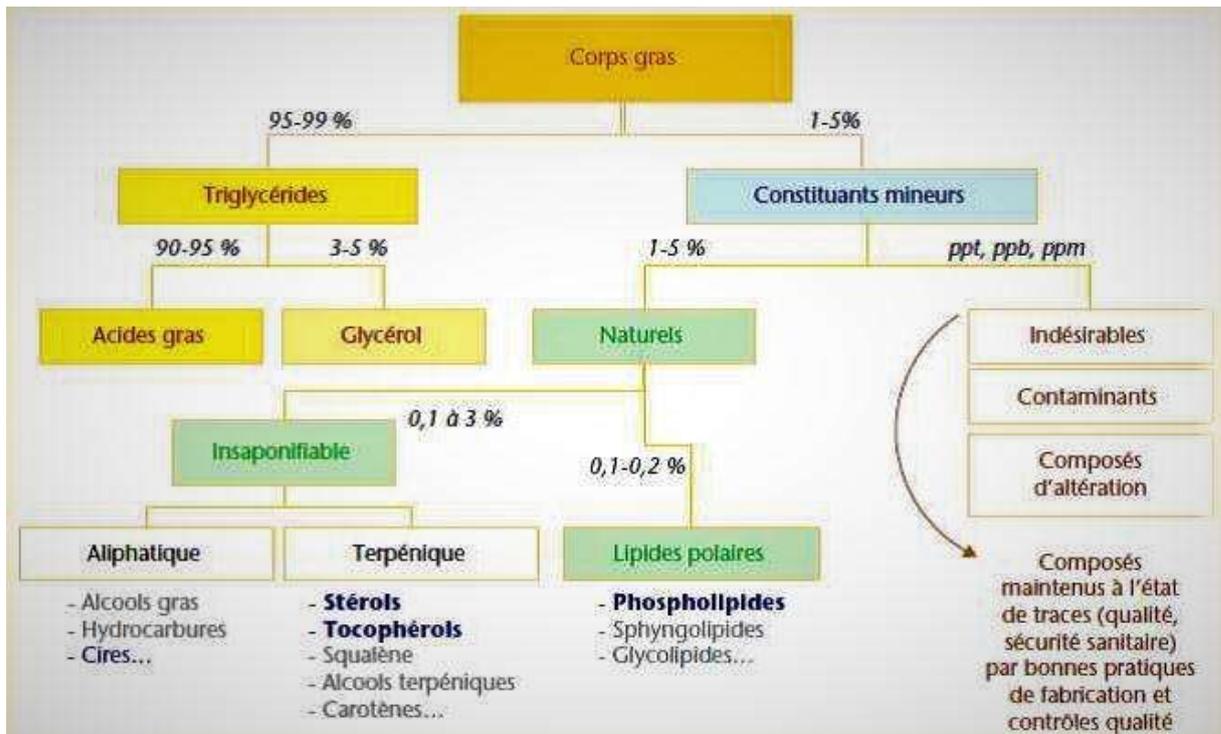


Figure I-5 : Composition d'un corps gras [9].

### I.2.3 Propriétés des corps gras

Les propriétés physiques et chimiques des acides gras sont liées à leur structure glycérique et à leur composition en acides gras, et ces propriétés ont une influence sur les caractéristiques des aliments.

Tableau I-1: Propriétés physico-chimiques des corps gras et leurs caractéristiques

Propriétés Physico-Chimiques	Caractéristiques
Point de fusion	Varie en fonction de la longueur de la chaîne et du degré d'insaturation [10]. Les huiles fondent vers 10°C, le beurre à 20°C et les graisses vers 40°C [11].
Rancidité	Susceptibles de rancir en raison de l'oxydation des acides gras [10].
Pouvoir énergétique	Fournissent plus de deux fois plus d'énergie que les protéines et les glucides [11].
Émulsion	Capables de former des émulsions, notamment dans les préparations culinaires [10].
Solubilité	Insolubles dans l'eau, solubles dans les solvants organiques [10].
Densité	Inférieure à celle de l'eau [10].
Indice de réfraction	Varie en fonction du type de corps gras [12].

### I.3 Les oléagineux

La famille des oléagineux désigne des plantes dont les graines ou les fruits sont riches en lipides et dont la culture permet de produire des huiles à usages alimentaires et/ou industriels. De nos jours, ce marché regroupe une très large variété d'espèces. Il existe en effet une centaine de plantes permettant de produire des corps gras. Cependant, seules 9 d'entre elles (palme, coco, cacao, colza, tournesol, lin, ricin, soja et olive) représentent aujourd'hui plus de 95% de la production mondiale. Le développement d'une filière en particulier repose sur des choix stratégiques, étroitement liés aux caractéristiques de la culture concernée, ainsi qu'à sa composition et à l'extractibilité de son huile. En fonction de

ces différentes propriétés, l'extraction de l'huile peut avoir un intérêt limité ou se révéler industriellement très rentable.

Les oléagineux regroupent deux grandes familles : les fruits oléagineux (olive, palme, coprah, avocat) et les graines oléagineuses (lin, colza, coton, tournesol, soja...etc.) (Figure I - 4). Seules ces dernières seront traitées dans ce document. Un grand nombre d'entre elles proviennent de plantes annuelles, cultivées spécifiquement pour leur contenu en huile (colza, lin, ricin, tournesol...). D'autres sont au contraire issues d'arbres fruitiers (noix, noisettes, amandes...), mais leur transformation ne concerne qu'une très faible part du marché mondial des huiles végétales.

Les graines récoltées peuvent avoir des propriétés très différentes (taille, structure, dureté, composition en acides gras...) et se distinguent notamment par leur teneur en huile. Ce paramètre définit en grande partie le procédé d'extraction qui sera employé. Les graines à faible teneur en huile, comme le soja et le coton (environ 20 %), subissent généralement une simple extraction par solvant. Au contraire, pour les graines plus riches en huile, telles que le colza (40 %), le tournesol (40 %) et le lin (35 %) l'extraction se fait en deux étapes : un pressage mécanique suivi d'une extraction par solvant [13].



Soja

Lin

Colza

Noix

*Figure I-6 : Quelques exemples de graines oléagineuses*

### **I.3.1 Soja**

Le soja [*Glycine max (L.) Merr.*], est une plante annuelle qui peut atteindre jusqu'à 1m50 de hauteur dans des conditions favorables. Elle a des feuilles composées et trifoliées

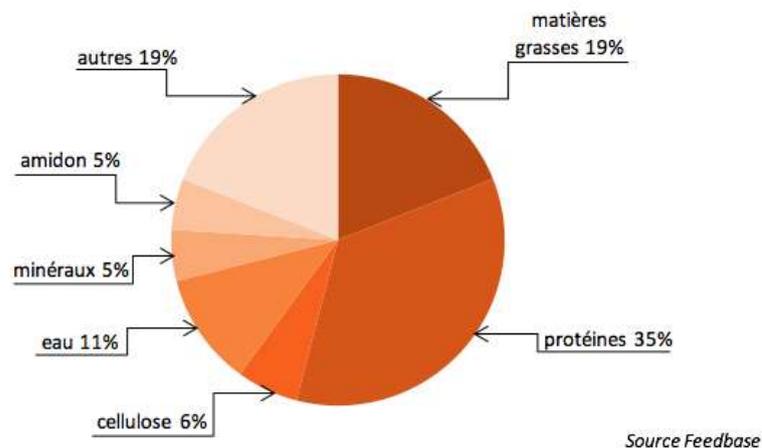
et produit des fleurs papilionacées qui varient en couleur du lilas pâle au violet foncé. Les graines du soja sont ovales ou arrondies et ont un diamètre de 4 à 7 millimètres, avec une couleur variable. Comme toutes les légumineuses [14].



*Figure I-7 : a- plante du soja, b- gousse verte de soja, c- graines de soja.*

### I.3.1.1 Composition de la graine de soja

Les graines de soja sont une excellente source de protéines et de fibres de haute qualité. Elles ont la composition la plus complète de toutes les légumineuses, contenant tous les acides aminés essentiels nécessaires à une alimentation saine. De plus, leur digestibilité est très élevée, atteignant 98 % [15,16].



*Figure I-8 : Compositions de la graine de soja [17].*

### **I.3.1.2 Huile de soja**

L'huile de soja est fluide et de couleur jaune plus au moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction, elle a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en AGPI et notamment en AGE  $\alpha$ -linoléique, que le corps humain est incapable de synthétiser. Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer [18].



*Figure I-9 : L'huile brute de soja [19]*

### **I.3.1.3 Composition de l'huile de soja**

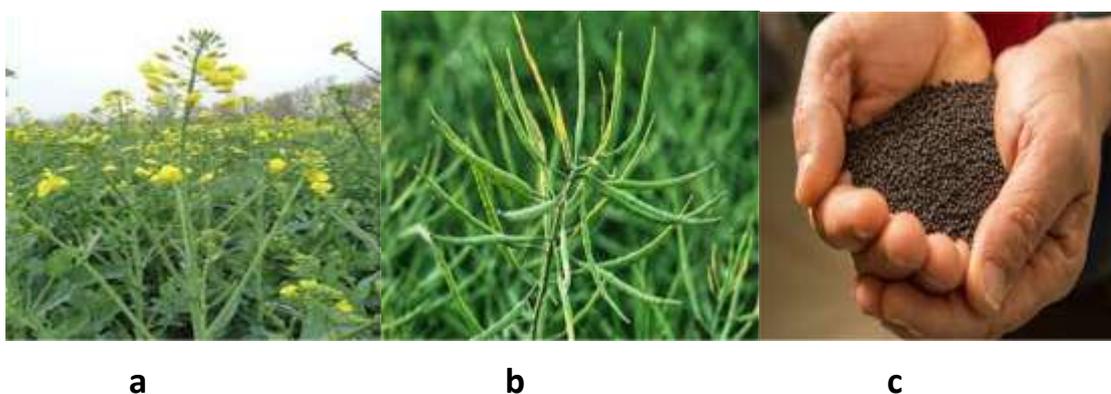
L'huile de soja est riche en acide linoléique (50%) et en acide oléique (24%) et comprend 15 % d'acides gras saturés. La présence de 7% d'acide linoléique la rend très fragile à la chaleur et on doit l'utiliser que pour les assaisonnements [20,21]

**Tableau I-2:** Composition de l'huile de soja en acide gras [22].

Acides gras	Symbole	(%) acide gras
Acide palmitique	C16 :0	7 à 12
Acide stéarique	C18 :0	2 à 5,5
Acide oléique	C18 :1	20 à 50
Acide linoléique	C18 :2	35 à 60
Acide arachidique	C20 :1	1
Acide gadoléique	C20 :1	1
Acide béhénique	C22 :0	0,5

### I.3.2 Colza

Le colza *Brassica Napus L.* est une plante annuelle et herbacée qui atteint une hauteur de 70 à 170 cm. Les fleurs de la plante jeune bourgeonnent et dès qu'elles ont été fécondés, des couses allongés se forment. Ces dernières contiennent de petites graines rondes brun-noir. Il existe deux variétés différentes de colza : le colza d'été et le colza d'hiver. Sa période de récolte est au mois de juillet [23] La plante de colza est largement cultivée en Europe, au Canada et en Chine [24].



**Figure I-10 :** *a*-plante du colza [25], *b*-gousse verte de colza [26], *c*-graines de colza [27].

### I.3.2.1 Composition de la graine de colza

Tels que les stérols, tocophérols..., la graine de colza est constituée de 40-45% d'huile. Cette huile est constituée de triglycérides qui contiennent des acides gras monoinsaturés à longues chaînes (20 :1) et (22 :1) en position 1 et 3. Elle est constituée aussi des autres composés insaponifiables [28].

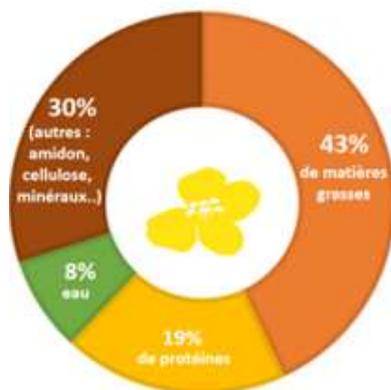


Figure I-11 : Composition de la graine de colza [28]

### I.3.2.2 Huile de colza

L'huile de canola représente environ 44% de la graine totale et est composée principalement de triacylglycérols (TAG), qui représentent 94 à 99% de l'huile totale [29].

Le terme canola a été adopté depuis 1978, où la norme internationale pour l'huile de « qualité canola » est libellée comme graines du genre *Brassica* dont l'huile doit contenir moins de 2% d'acide érucique dans son profil d'acide gras et moins de 30  $\mu\text{mol/g}$  de glucosinolates [30]

Cette huile est principalement utilisée à des fins techniques telles que les biocarburants, mais elle est également importante pour l'industrie alimentaire. En raison de la composition bénéfique de ses acides gras, elle est de plus en plus vendue sous forme d'huile comestible [31].



*Figure I-12 : L'huile brute de colza [32]*

### **I.3.2.3 Composition de l'huile de colza**

L'espèce botanique *Brassica napus* L. possède une grande diversité génétique, qui permet l'utilisation de son huile dans des secteurs très variés. Il y a en effet plus de 200 espèces de colza référencées, produisant des graines dont la composition diffère significativement. Ainsi, certaines serviront préférentiellement à l'alimentation humaine, alors que d'autres interviendront pour la production de lubrifiants ou trouveront des applications dans l'industrie chimique, cosmétique ou pharmaceutique. Actuellement, on distingue 3 types variétaux :

- Le colza classique dont l'huile est composée d'environ 60 % d'acide oléique, 10 % d'acide linoléique et 20 % d'acide  $\alpha$ -linoléique
- Le colza oléique composé majoritairement d'acide oléique (jusqu'à 75 %), 15 % d'acide linoléique et moins de 5% d'acide  $\alpha$ -linoléique
- Le colza érucique avec 55 % d'acide érucique et très peu d'acide oléique (moins de 20 %). Les souches de colza classique et oléique sont des variétés modernes, issues d'une sélection génétique destinée à en améliorer la composition. Elles permettent de produire une huile valorisable à la fois en alimentation humaine et dans l'industrie. En revanche, le colza érucique est une variété plus rustique. Soupçonnées dans les années 1960 d'être à l'origine de maladies cardiovasculaires les variétés de colza à forte teneur en acide érucique ont été bannies de toute utilisation alimentaire, malgré une composition en acides gras saturés inférieure à 5%. Elles restent cependant cultivées pour des applications industrielles [33].

Tableau I-3: Composition de l'huile de colza en acide gras (en %) [33]

Teneur en acide gras	Colza Standard	Colza Oléique	Colza Erucique
Acides saturés	10	8-9	5
Acide oléique (C18 :1)	61	75	15 – 20
Acide linoléique (C18 :2 ; Oméga 6)	9	12 ,5	12
Acide Alpha-linolénique (C18 : 3 ; Oméga 3)	20	2 ,6 – 3 ,2	7 – 8
Acide Erucique (C22 :0)	0	0	55 – 57
Oméga 6/ Oméga 3	2 ,2	4 ,5	1 ,7

## I.4 Extraction de l'huile de soja et colza

La récolte des graines oléagineuses doit se faire à maturité, en fonction de l'humidité globale des graines. Les paramètres optimaux dépendent toutefois de l'espèce. Il est recommandé d'atteindre les niveaux d'humidité suivants pour la récolte : 14 à 16 % pour le soja et environ 9 % pour le colza [34]. À ce stade, les graines sont peu chargées en chlorophylle, responsables des phénomènes d'oxydation et de la dégradation de l'huile, ce qui permet d'alléger l'étape de raffinage [35].

### I.4.1 Extraction mécanique

Le procédé d'extraction par presse continue comprend les étapes suivantes :

#### I.4.1.1 Nettoyage

Lors de la récolte, il est implicite que plusieurs impuretés (poussières) et corps étrangers soient récoltés avec les grains d'où la nécessité d'une étape de nettoyage. Les opérations de nettoyage et de séchage sont généralement effectuées immédiatement après la récolte de sorte à limiter les sources d'altérations [36]. Le nettoyage sert principalement à éliminer les corps étrangers dans des installations variables d'une industrie à l'autre, ce

processus comprend toujours des étapes de tamisage combinées à un système d'agitation. Ainsi les fines particules (sable) et les grosses particules (cailloux, tiges, feuilles) peuvent être éliminées [34]. En aval de cette étape, les graines propres sont récupérées. Toutefois, par ce processus, certaines impuretés de même taille et densité que les graines ne peuvent être séparées.

#### **I.4.1.2 Broyage – laminage**

Cette opération a pour but de réduire les graines entières en des fractions de granulométrie optimale. Elle s'effectue sur des broyeurs lamineurs à cylindres lisses ou cannelés [37].

#### **I.4.1.3 Cuisson**

Cette opération assure la préparation de la pâte en vue d'en faciliter la sortie de l'huile. De plus, ce traitement thermique (90 à 100°C) favorise la destruction de certaines substances thermolabiles qui sont dans la graine et nuisent à la qualité de l'huile et du tourteau [38].

#### **I.4.1.4 Pression proprement dite**

La pression s'effectue dans des presses à vis en continu. Elle permet de séparer, d'une part, l'huile et d'autre part, un résidu solide appelé tourteau [39].

### **I.4.2 Extraction par solvant**

L'extraction par solvant est appliquée pour récupérer l'huile difficile d'atteinte, telle que l'huile présente dans le tourteau de presse ou dans les graines oléagineuses pauvres en huile. Il s'agit de la technique d'extraction la plus efficace, puisqu'elle assure la récupération quasi totale de l'huile (> 97 %). Au niveau industriel, un seul solvant est utilisé pour l'extraction d'huile. Ainsi cette étape est souvent nommée, extraction à l'hexane. L'hexane est sélectionné pour plusieurs propriétés avantageuses. D'abord pour sa très grande sélectivité pour les lipides, mais aussi pour son faible coût et sa capacité de recyclage. Actuellement, cette étape est réalisée dans des extracteurs continus à contre-courant, et entre 50 et 60 °C. D'un côté, un miscella (mélange d'huile et d'hexane) est obtenu par percolation au travers de la matière à traiter. De l'autre côté, un gâteau pratiquement déshuilé, contenant < 2 % d'huile, mais environ 25 à 30 % d'hexane, est récupéré. Cette méthode est

généralement privilégiée pour des raisons de coûts, malgré les inconvénients liés à l'utilisation de l'hexane. En effet, l'hexane est impropre à la consommation et est classé dangereux par rapport à plusieurs critères : CMR (cancérogène, mutagène, reprotoxique) facilement inflammable, reprotoxique de catégorie 3, nocif, irritant et dangereux [40].

## **I.5 Raffinage**

Le raffinage a pour objectif d'aboutir à une huile végétale répondant aux exigences des consommateurs, en y éliminant les acides gras libres, les phospholipides et autres impuretés (colorants, glycolipides...etc.). Deux voies sont possibles : le raffinage par voie chimique, utilisant une base (la soude), et le raffinage physique où l'élimination d'impuretés se fait par distillation à haute température [36]. Les principales étapes du raffinage sont ; la démucilagination, la neutralisation, le lavage, la décoloration et la désodorisation [41].

Le raffinage enzymatique repose sur l'utilisation de la phospholipase pour hydrolyser les phosphatides. Cette enzyme catalyse la rupture de l'Esther d'acide gras présent dans les phosphatides, ce qui entraîne leur dissociation en acides gras et en lys phospholipides [41]. et les étapes de raffinage sont :

### **I.5.1 Démucilagination ou dégomme**

La démucilagination est une opération de raffinage visant à éliminer les phospholipides ou mucilages qui ne peuvent pas être présents dans l'huile destinée à la consommation, ainsi que les phospholipides non hydratables. Cette étape est réalisée en utilisant de l'acide phosphorique ou de l'acide citrique à une température de 70°C pour réduire la solubilité de ces composés dans l'huile, facilitant ainsi leur élimination. Les phospholipides peuvent causer des problèmes tels que la formation d'émulsions au lavage, la perte anormale d'huile, la formation de mousse lors du séchage, la désactivation de la terre décolorante et le colmatage des filtres. Le dégomme élimine également les sucres libres et les glycolipides [42].

Différents types de protocoles de dégomme existent, notamment le dégomme à l'eau, le dégomme à l'acide ou à sec, le dégomme enzymatique et le dégomme micellaire [43].

### I.5.2 Neutralisation

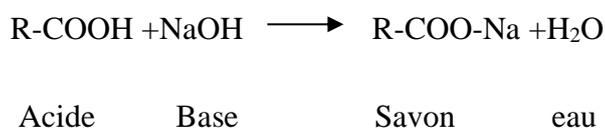
Ce traitement peut se faire à chaud ou à froid :

➤ **Neutralisation à chaud** : Cette neutralisation s'applique à la gamme des huiles sans cire exemple : soja, colza, ...

➤ **Neutralisation à froid** : On parle de neutralisation à froid du fait que cette huile renferme des cires telle que l'huile tournesol, et qu'elle ne requière pas de chauffage avant le premier ajout de l'acide citrique pour ne pas solubiliser les cires.

L'étape de la neutralisation est la plus importante et la plus délicate où s'effectue l'élimination des acides gras libres, qui risquent de donner à l'huile un goût désagréable. La neutralisation s'effectue le plus souvent par addition de soude qui transforme les acides gras libres en savon que l'on sépare ensuite par centrifugation en même temps que les autres impuretés. La soude joue également un rôle de décoloration partielle [45]. L'huile est portée à 80-90°C puis agitée avec la soude (NaOH).

Les acides gras libres responsables de l'acidité et l'oxydabilité de l'huile, passent dans la phase aqueuse sous forme de savons et sont éliminés lors de la centrifugation qui suit. D'autres impuretés (phospholipides résiduels, une partie des colorants) sont enlevées également avec la partie aqueuse alcaline.



La solution de la soude est ajoutée avec précaution pour ne pas exercer la saponification des triglycérides (saponification parasite) [46] ; d'huile est ensuite lavée à l'eau pour éliminer les résidus alcalins et de savon, puis déshydratée sous vide [47].

#### I.5.2.1 But de la neutralisation

- Éliminer les acides gras libre qui donne aux huiles un mauvais gout et nuisent à sa conservation [48].
- Débarrasser l'huile de la quasi-totalité des phospholipides et éliminer les traces de savons qui sont des catalyseurs d'oxydation.

- Destruction d'un grand nombre de pigments et de composés colorés [49].

Il est possible de coupler la démulcination et la neutralisation. Dans ce cas, les phospholipides et savons sont séparés en une seule étape de centrifugation. Les deux opérations sont effectuées en continu à 80°C environ [48].

### **I.5.2.2 Paramètres influençant la neutralisation**

#### **a- Température**

La température est un facteur important de la neutralisation, la réaction de saponification de l'huile est caractérisée par sa lenteur ce qui peut causer la saponification de l'huile neutre et pour cela dès le début du raffinage, l'huile brute doit être portée de la température ambiante (température de stockage) à une température qui avoisine 90°C. En effet, une température élevée pendant l'ajout de la soude caustique peut augmenter la saponification de l'huile neutre et réduire le rendement en huile raffinée.

#### **b- Temps de séjour**

Comme son nom l'indique c'est le temps nécessaire pour séparer les deux phases légères qui contiennent de l'huile neutre et la phase lourde composée de pâte de neutralisation, le temps de séjour varie d'une huile à l'autre selon sa qualité et la quantité des impuretés qu'elle contient [50].

#### **c- Concentration de la solution de soude**

La soude caustique ajoutée est de concentration variante entre 16-20 Be° selon la qualité de l'huile brute. Il faut respecter cet intervalle car si on le dépasse on a la possibilité de produire une saponification partielle des triglycérides, composants de l'huile brute. Cette réaction, appelée « saponification parasite », est totalement nuisible puisqu'elle augmente en grande mesure les pertes et doit donc être évitée et diminuer en conséquence le rendement d'huile.

Si la concentration de la soude est inférieure à 16 Be°, les acides gras risquent de ne pas être tous neutralisés et donc avoir une mauvaise qualité de l'huile neutre. En effet, seules les huiles à très faible acidité peuvent être neutralisées par des solutions très diluées.

Des études comparatives ont montré que des solutions caustiques plus diluées élimineraient davantage de phosphore ; par conséquent, les huiles brutes à teneur élevée en phosphore sont mieux raffinées avec des solutions caustiques diluées, mais si elles deviennent trop diluées, des caractéristiques difficiles de séparation des émulsions se développent. Pour cette raison, des solutions caustiques diluées ou de faibles concentrations sont recommandées pour les huiles de soja [51].

#### d- Pression

La contre pression est un élément aussi important et qu'il faut contrôler tout au long de l'opération de neutralisation, l'intervalle de variation de pression est limité entre 1 bar à 2 bars. Car si on dépasse cette limite de 2 bars, l'huile risque de passer d'huile dans la pâte de neutralisation ; et si on n'atteint pas la pression d'un bar, de grandes quantités des savons risquent de passer dans l'huile neutralisée

Bien que l'essentiel des pertes d'un raffinage se situe au niveau de la centrifugeuse de séparation des pâtes de neutralisation, il est toujours conseillé de contrôler l'acidité du lot à raffiner à l'entrée de l'atelier, pour ajuster l'addition de soude [51].

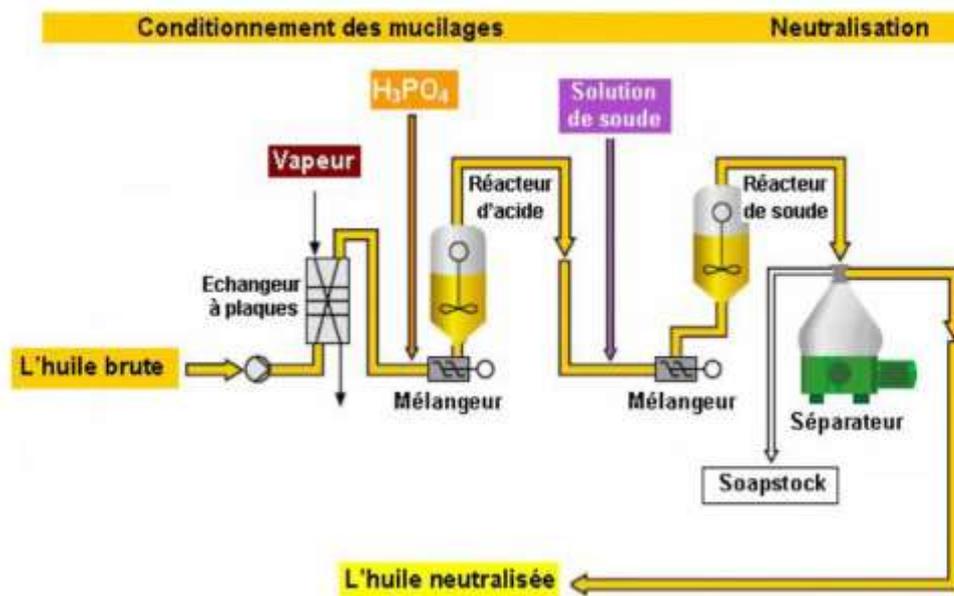


Figure I-13 : Déémulsion et neutralisation à chaud

### I.5.3 Lavage

Le processus de lavage est essentiel pour éliminer les composés alcalins tels que le savon et la soude en excès, ainsi que les impuretés restantes telles que les métaux et les phospholipides présents dans l'huile après la séparation. Pour obtenir un lavage optimal, il est recommandé de le réaliser en deux étapes et d'utiliser de l'eau décalcifiée aussi chaude que possible, jusqu'à 90°C. Ceci permet d'éviter que les bols de lavage ne se bouchent à cause de l'accumulation de savon et de phosphate de calcium [52].

### I.5.4 Séchage

L'huile sortant du séparateur du deuxième lavage à une température de 90°C est envoyée dans un bac sous vide de 20 à 30 mm Hg par pulvérisation où l'humidité présente dans cette l'huile sera éliminée (é vaporée et aspirée par le vide) avant l'opération de décoloration car elle peut augmenter son acidité qui se traduit par la dégradation de l'huile aussi provoqué le colmatage rapide des filtres [53].

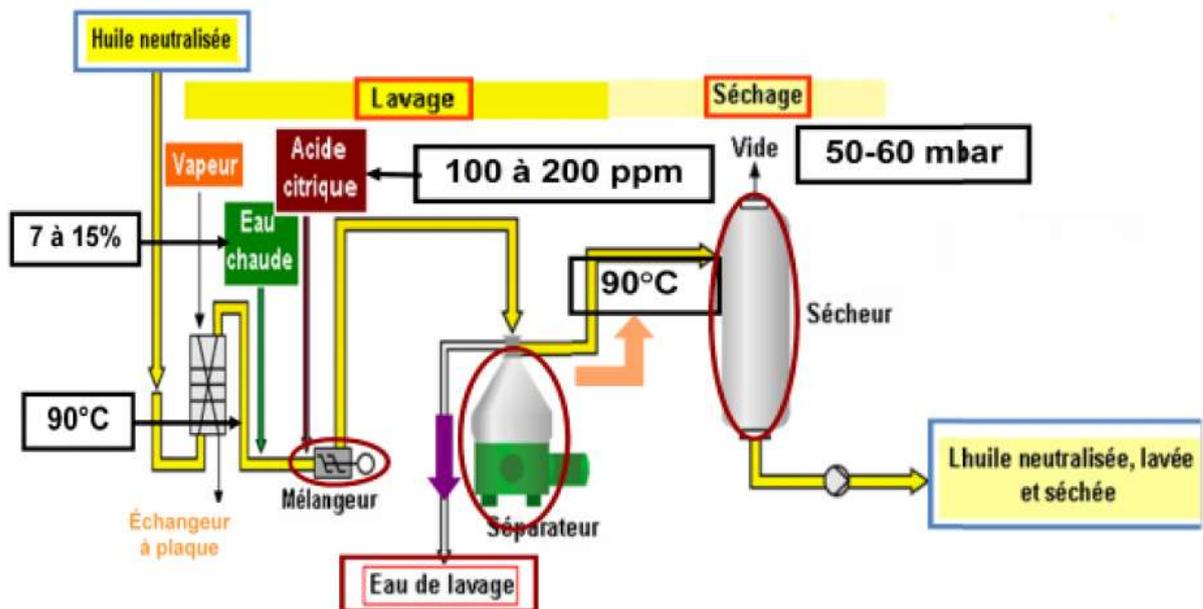


Figure I-14 : Schéma de lavage et séchage

### I.5.5 Décoloration

Cette opération vise à éliminer les pigments et autres matières colorantes dissous dans l'huile et préjudiciable à sa bonne conservation. Cette opération se fait à l'aide de terres décolorantes ou de charbons actifs [54].

Les huiles démulcinées, neutralisées ont également acquis une teinte plus ou moins foncée due à la présence de pigments colorés qui peuvent accentuer cette teinte au cours de stockage ultérieur [55].

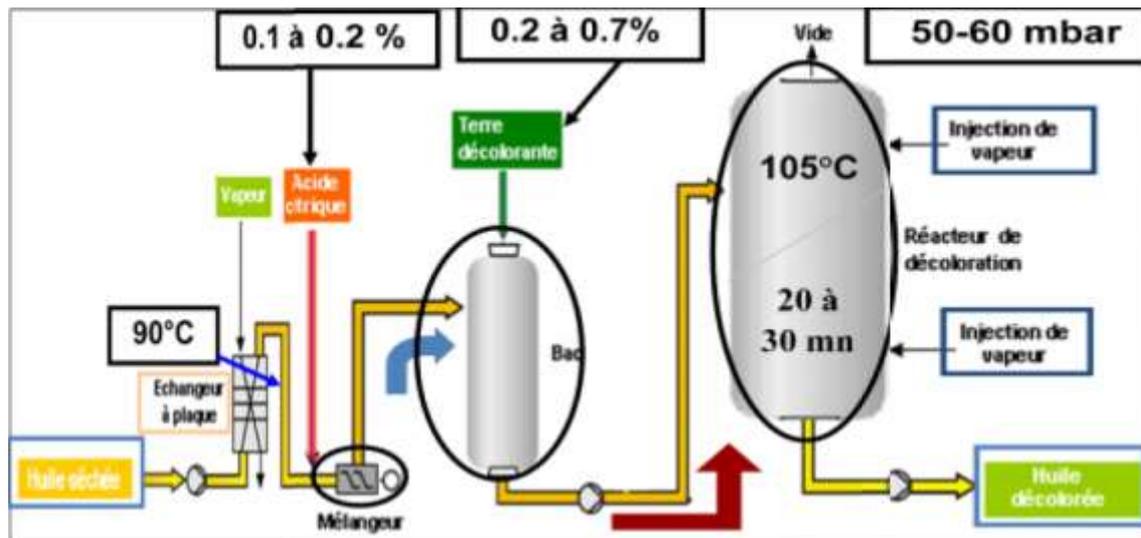


Figure I-15 : Schéma de la décoloration

La décoloration vise à éliminer ces pigments que la neutralisation n'a que très partiellement détruit et fait intervenir un phénomène physique d'adsorption sur la terre décolorante ou sur le charbon actif [54]. La terre est additionnée à l'huile, le mélange est chauffé à 90°C sous pression réduite après contact de quelques minutes, le mélange est séparé par filtration est réalisée par des filtres automatiques de type NIAGARA [56]. C'est la séparation de la phase de l'huile de celle de la terre décolorante chargée de pigments. Elle est réalisée par des filtres ayant des pores qui empêchent le passage des matières solides en permettant l'écoulement du liquide seulement [57].

Il y a plusieurs paramètres à vérifier lors de cette étape à savoir :

- Température
- Taux de terre décolorante

- Temps de contact
- Précision du dosage et qualité de la terre décolorante
- L'humidité

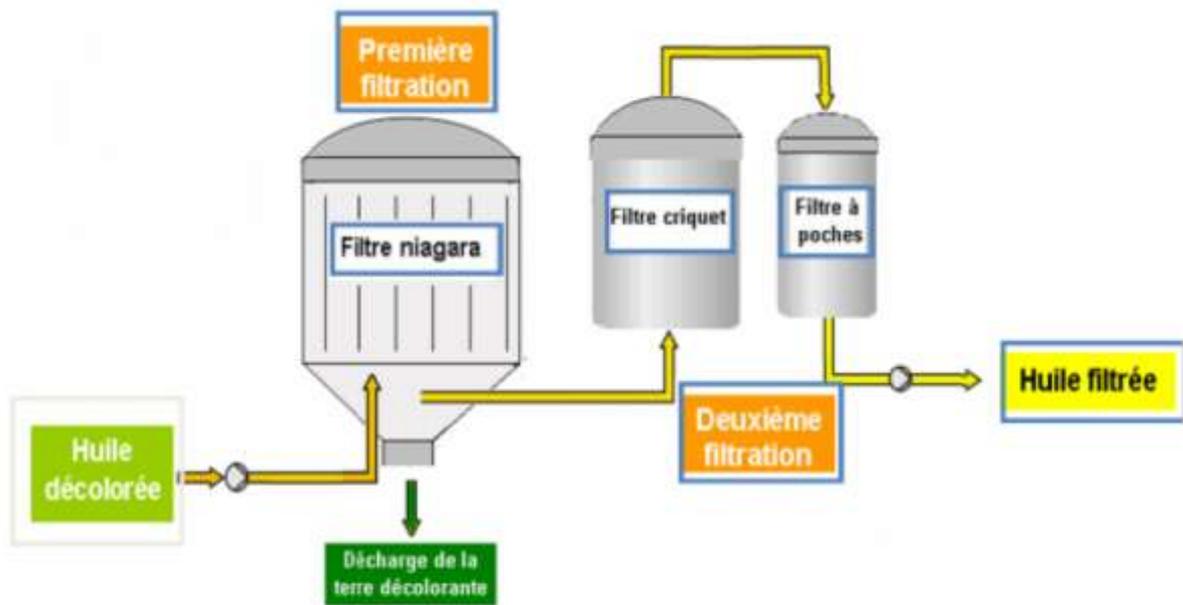


Figure I-16 : Schéma de filtration de l'huile décolorée

### I.5.6 La désodorisation

La dernière étape du raffinage est « la désodorisation » qui s'effectue dans une colonne composée de plusieurs plateaux, dans laquelle on réalise une distillation de l'huile pour séparer cette dernière des substances volatiles indésirables responsables du goût et d'odeurs comme les aldéhydes et les cétones [58].

La désodorisation consiste à envoyer un courant de vapeur sèche dans l'huile maintenue sous un vide très poussé à des températures élevées de l'ordre de 240°C, afin que les produits volatils soient entraînés par la vapeur et en les récupérant sous forme d'un distillat et l'huile pure sous forme de produit fini.

Après désodorisation, l'huile est refroidie, toujours sous vide avant d'être filtrée et soumise à une injection d'azote afin de la protéger de l'oxydation [59].

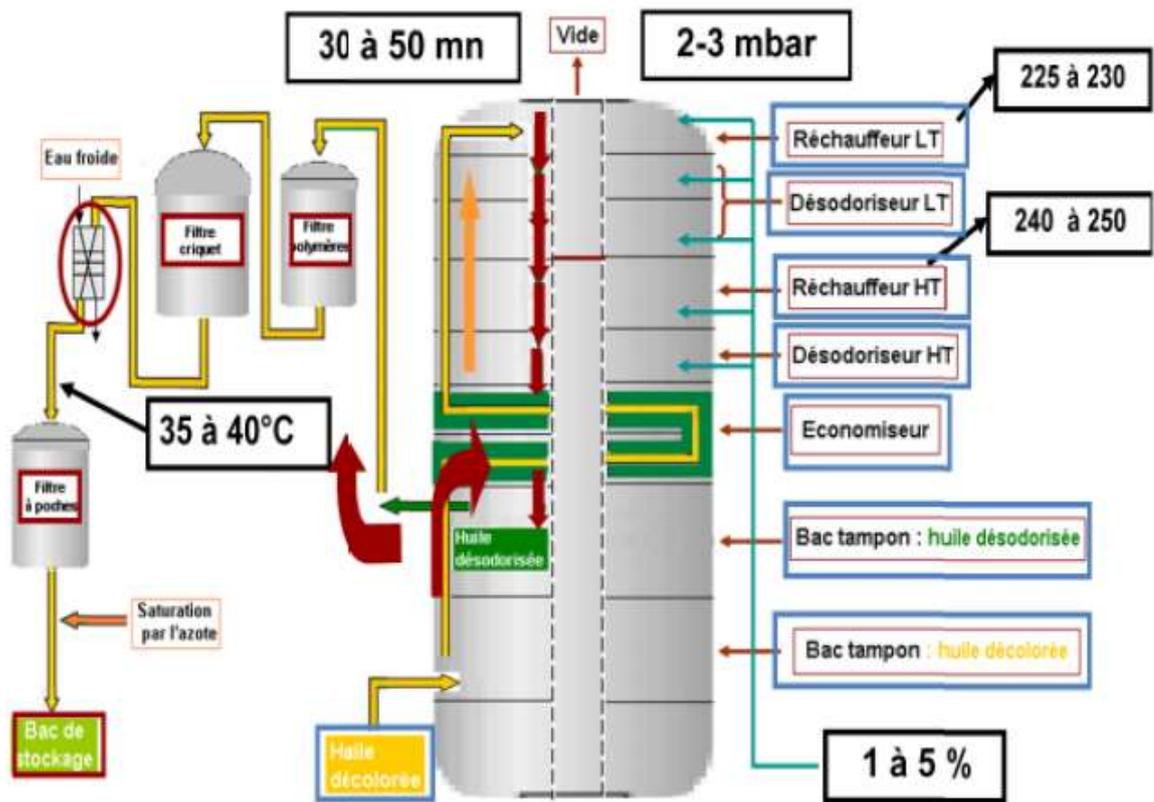


Figure I-17 : Schéma de la désodorisation

## I.6 Raffinage physicochimique

### I.6.1 Raffinage chimique à chaud

Le raffinage chimique des huiles végétales, telles que l'huile de soja et l'huile de colza au niveau Cevital est effectué à chaud suivant deux étapes principales : le dégommeage et la neutralisation.

Le dégommeage a pour objectif de supprimer les impuretés solubles (substances dissoutes dans l'huile brute, telles que les phospholipides et les acides gras libres) et insolubles (matières étrangères telles que les particules de terre les restes de graines ou les protéines) présentes dans l'huile brute.

La neutralisation permet de réduire l'acidité de l'huile brute en utilisant de la soude caustique et de réguler le taux de phosphore en ajoutant d'acide citrique.

Cependant, ces étapes peuvent également réduire la quantité de nutriments bénéfiques contenus dans l'huile brute.

Les différents dosages du raffinage chimique des huiles de soja et colza sont représentés dans le tableau ci-dessous

**Tableau I-4:** Dosages des huiles de colza et soja pendant l'étape de neutralisation

Type de l'huile	Débit des huiles brute (L/H)	Débit acide citrique au niveau du mélangeur M1 (L/H)	Débit soude caustique au niveau du mélangeur M2 (L/H)	Débit eau de dilution de la soude caustique (L/H)	Débit acide citrique au niveau du mélangeur M5 (L/H)
SOJA	12500	42	29	120	35
COLZA	12500	50	36	140	35

### I.6.2 Raffinage physique

Le raffinage physique de deux huiles soja et colza au niveau du complexe CEVITAL se déroule en deux étapes principales : la décoloration et la désodorisation

Le processus de décoloration des huiles de colza et de soja est un procédé de raffinage physique couramment utilisé pour éliminer les pigments et les chlorophylles issues des origines végétales de la graine. Les terres décolorantes sont des argiles minérales naturelles ou activées, qui ont la propriété d'adsorber les pigments colorés et les chlorophylles présents dans l'huile brute, permettant ainsi d'obtenir une huile plus claire et plus translucide.

Le processus de désodorisation est une étape cruciale dans le raffinage des huiles, qui permet de supprimer les composés volatils responsables de l'odeur et du goût désagréables de l'huile brute. La désodorisation se fait sous vide à des températures élevées (environ 220-250°C) en présence d'un barbotage à la vapeur pour favoriser une meilleure surface d'échange et de contact.

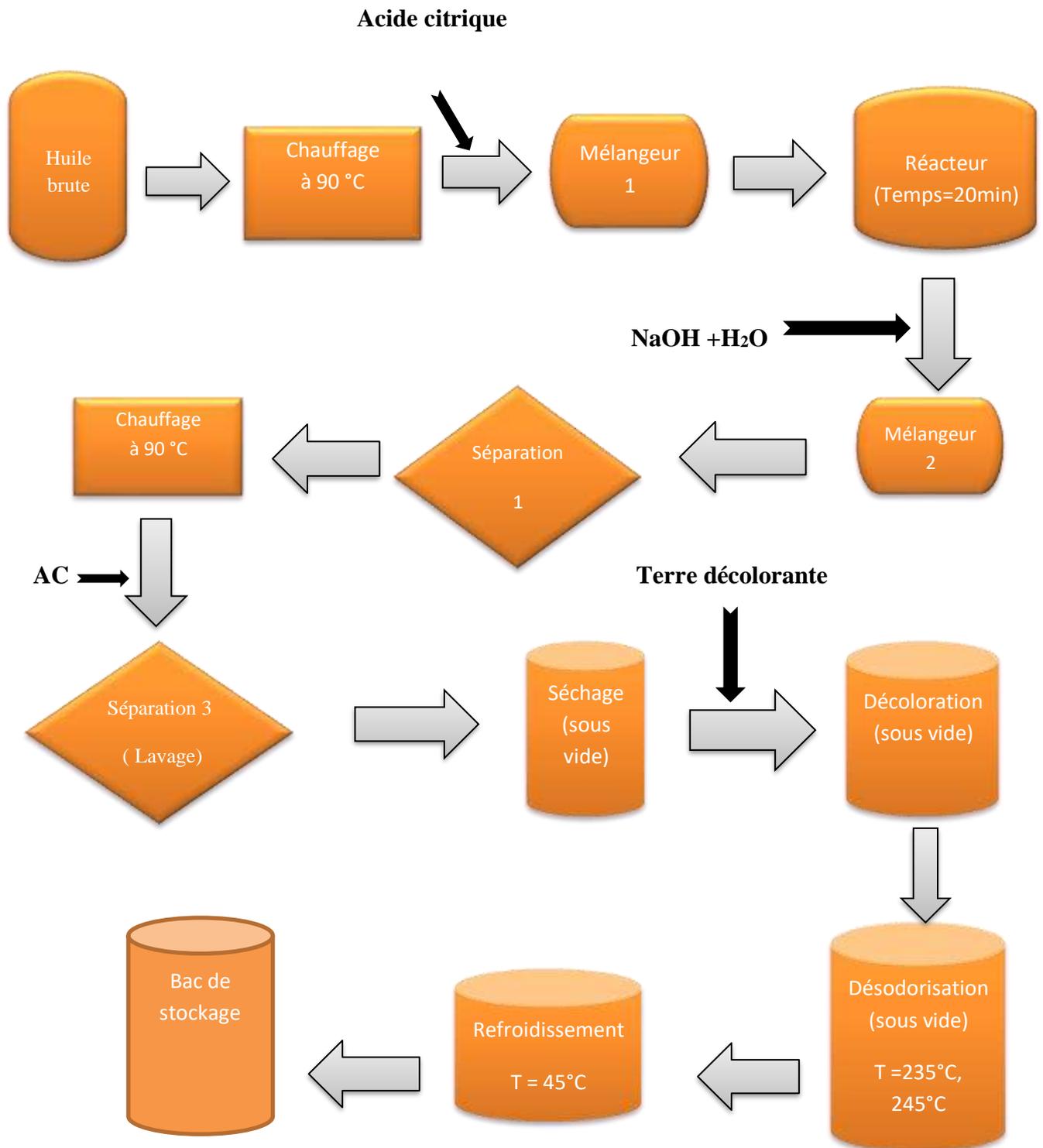
Les différents dosages effectués lors du raffinage physique des huiles de soja et colza sont représentés dans le tableau :

*Tableau I-5: Différents dosages des huiles de colza et soja en terres décolorantes*

Type de l'huile	Débit des huiles brute (L/H)	Dosage de la terres décolorante (%)
Soja	12500 (L/H)	1,3
Colza	12500 (L/H)	2

Le raffinage des huiles végétales est un processus de purification et d'amélioration de la qualité des huiles extraites de plantes oléagineuses comme le soja, le tournesol, l'arachide, le colza et l'huile de palme. Les principales étapes comprennent le dégommage, où l'utilisation d'acide citrique permet d'éliminer les impuretés phosphoreuses, la neutralisation qui élimine les acides gras libres grâce à l'ajout de soude et d'eau, la décoloration qui utilise de la terre décolorante pour enlever les pigments et autres substances colorantes, et enfin la désodorisation qui élimine les odeurs et les saveurs indésirables.

Diagramme de raffinage de l'huile soja et colza



## *Chapitre II*

### *Matériels et méthodes*

Le travail effectué au complexe Cevital vise à surveiller attentivement les analyses physico-chimiques et les dosages des huiles de soja et de colza tout au long du processus de raffinage. L'objectif principal est de garantir la qualité des huiles finies, de respecter les normes de qualité et de sécurité alimentaire, et d'optimiser le processus de production pour assurer des produits de haute qualité.

## II.1 Echantillonnage

Les échantillons prélevés, dans le cadre de ce travail au complexe Cevital pendant la durée de notre stage de 15 jours, comprennent l'huile de soja et de colza à différentes étapes du processus de raffinage. Les prélèvements ont été effectués depuis l'huile brute stockée dans les bacs, jusqu'aux étapes de neutralisation, de décoloration et de désodorisation.

*Tableau II-1: Points de prélèvements des échantillons de soja et colza et analyses effectuées.*

Point de prélèvement	Echantillon	Analyse
La sortie de bac du stockage (huile brute)	<b>Huile brute (HB)</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Analyse chimique :                             <ul style="list-style-type: none"> <li>- Acidité.</li> <li>- Phosphore.</li> <li>- Indice de peroxyde.</li> </ul> </li> <li>• Analyse physique :                             <ul style="list-style-type: none"> <li>- Humidité.</li> <li>- Chlorophylles.</li> <li>- Impuretés.</li> <li>- Couleur.</li> </ul> </li> </ul>
Section dégommage et neutralisation	<b>Huile neutralisée</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Analyse chimique :                             <ul style="list-style-type: none"> <li>- Acidité.</li> <li>- Phosphores.</li> <li>- Trace de savon.</li> </ul> </li> <li>• Analyse physique :                             <ul style="list-style-type: none"> <li>- Humidité.</li> </ul> </li> </ul>
Mélangeur 2		
Séparateur (S1)		
Séparateur de Lavage (S3)		
Sécheur		
Sortie de la section décoloration	<b>Huile décolorée</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Analyse physique :                             <ul style="list-style-type: none"> <li>- Couleur.</li> </ul> </li> </ul>

		<ul style="list-style-type: none"> <li>- Chlorophylle.</li> <li>• Analyse chimique :</li> <li>- Phosphore.</li> <li>- Acidité.</li> </ul>
Sortie de la section désodorisation	<b>Huile finie Désodorisée</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Analyse chimique :</li> <li>- Acidité.</li> <li>- Phosphore.</li> <li>• Analyse physique :</li> <li>- Couleur.</li> </ul>

## II.2 Méthodes d'analyses physico-chimiques des échantillons d'huile de soja et colza

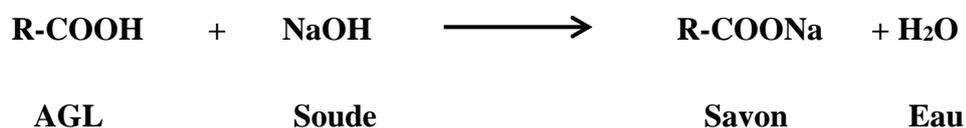
### II.2.1 Acidité

#### ➤ Définition

L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique.

#### ➤ Principe

Neutralisation des acides gras par une base en présence de phénolphtaléine



#### ➤ Réactifs

- Alcool éthylique ou propylique à 95%.
- Solution de NaOH ou de KOH à 0,1N ou 1 N dans l'eau.

#### ➤ Matériels

- Bechers de 100 ou de 150ml.

- Burette de 25 ml.
- Balance.
- Plaque chauffante.

➤ **Mode opératoire**

Introduire dans un erlenmeyer 75 ml d'alcool éthylique neutralisé avec du NaOH en présence de phénolphthaléine jusqu'à coloration rose, puis ajouter 10 g d'huile. Chauffer le mélange pendant une minute afin d'améliorer la réaction. Titrer par une solution de NaOH à 0,1 N jusqu'à avoir une coloration rose persistante.

➤ **Expression des résultats**

Les résultats obtenus sont calculés par la relation suivante :

$$A (\%) = \frac{N \cdot V \cdot M}{10 \cdot m} * 100$$

Tel que :

**A** : Acidité d'huile en %.

**N** : la normalité de NaOH (0.1N).

**V** : le volume dépensé pour le titrage (ml).

**m** : Masse de la prise d'essai en g.

**M** : Masse molaire de l'acide oléique = 282 g/ mol.

## II.2.2 Traces de savons

➤ **Définition**

C'est la teneur en oléate de sodium présente dans l'huile, exprimée en partie par million (ppm), elle est déterminée pour apprécier l'efficacité des séparateurs.

➤ **Principe**

L'alcalinité du savon est libérée dans l'acétone en présence du bleu de bromophénol comme indicateur coloré, elle est ensuite titrée par HCl cétonique à 0,01 N.

➤ **Réactifs**

- Acétone fraîchement distillée contenant 3 % d'eau distillé, neutralisé par la solution d'acide chlorhydrique jusqu'à coloration jaune.
- Indicateur coloré (bleu de bromophénol).
- Solution d'acide chlorhydrique à 0,01 N dans l'acétone.

➤ **Matériels**

- Bécher de 250 ml parfaitement lavé exempt de traces de savon ou d'éléments alcalins.
- Burette de 10 ml graduée en 0,05 ml.

➤ **Mode opératoire**

Dans une éprouvette, mettre 48,5 ml d'acétone, ajusté à 50 ml avec de l'eau distillée, leur ajouter quelques gouttes du bleu de bromophénol. La solution obtenue doit être de couleur jaune, dans le cas où elle est bleue ou verte, titrer avec HCl cétonique à 0,01N jusqu'à coloration jaune. Ajouter 10 g d'huile à analyser dans cette solution, agiter puis laisser décanter dans une ampoule à décanter pendant quelques secondes jusqu'à ce que l'émulsion se sépare en deux couches. Récupérer la couche supérieure qui sera colorée en bleu en présence de savon. Titrer avec HCl cétonique 0,01 N jusqu'au virage vers la couleur jaune.

➤ **Expression des résultats**

Les résultats obtenus sont calculés par la loi suivante :

$$TS(ppm) = \frac{Eq * V * N * 1000}{P}$$

Tel que :

**TS** : Traces de savon en ppm.

**V** : le volume de HCl à 0,01 N dépensé en ml pour le titrage.

**N** : Normalité de HCL (0,01N).

**Eq** : Equivalent gramme d'oléate de sodium = 304 g.

**P** : Masse de la prise d'essai en g.

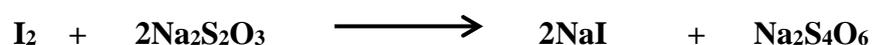
### II.2.3 Indice de peroxyde

#### ➤ Définition

L'indice de peroxyde est la quantité d'oxygène actif exprimé en milli équivalent contenu dans 1 kg de corps gras.

#### ➤ Principe

Le principe consiste en un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante :



#### ➤ Réactifs

- Chloroforme.
- Acide acétique (%)
- Solution aqueuse saturée d'iodure de potassium.
- Solution aqueuse de thiosulfate de sodium à 0,01 N.
- Solution d'empois d'amidon à 1%.

➤ **Matériels**

- Capsule en verre.
- Flacon bouché de 250 ml séché et rempli de gaz inerte (N<sub>2</sub>).
- Burette de 25 ml.

➤ **Mode opératoire**

Peser 5 g d'huile dans un erlenmeyer, ajouter 12 ml de chloroforme et 18 ml d'acide acétique puis 1ml de la solution d'iodure de potassium (KI) (1 ml d'eau distillée + 0,5 g d'iodure de potassium). Agiter la solution durant une minute et laisser à l'abri de la lumière à une température comprise entre 15 et 25°C. Ajouter 75 ml d'eau distillée. En agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré, titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,01 N.

Parallèlement, effectuer un essai à blanc jusqu'à décoloration totale de la solution.

➤ **Expression des résultats**

Les résultats obtenus sont calculés par la loi suivante :

$$Ip(\text{meq } g \text{ O}_2 / Kg) = \frac{[N * (V_1 - V_0) * 1000]}{P}$$

Tel que :

**Ip** : l'indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme d'oxygène par kilogramme d'huile.

**V<sub>0</sub>** : le volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en (ml).

**V<sub>1</sub>** : le volume de thiosulfate de sodium utilisé en (ml).

**N** : la normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,01N.

**P** : prise d'essai en gramme.

## II.2.4 Phosphore

### ➤ Principe

L'huile et les phosphatides qu'elle contient sont calcinés en présence d'oxyde de zinc, conduit à de la transformation du phosphore organique en phosphore minéral (phosphate de zinc).

### ➤ Réactifs

- Solution de molybdate de sodium (1,25 gr qsp 14 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> d=1,83/50ml H<sub>2</sub>O).
- Solution de sulfate d'hydrazine à 0,015 % dans l'eau distillé.
- Oxyde de zinc.
- HCl concentré.
- Solution aqueuse de KOH à 50%.

### ➤ Matériels

- Spectrophotomètre visible doté de cellules en quartz de 1 cm.
- Capsules en platine ou à défaut en silice de 20 ml de capacité.
- Fioles jaugées de 50 ml.
- Four à moufle.

### ➤ Mode opératoire

Peser 3 g d'huile dans une capsule, ajouter 0,5 g d'oxyde de zinc, chauffer dans un four à moufle à 600°C pendant 2 heures. Après refroidissement, ajouter 5 ml d'HCl concentré plus 5 ml d'eau distillée. Après chauffage jusqu'à ébullition, laisser refroidir, filtrer la solution dans une fiole de 100 ml. Neutraliser ensuite par une solution de KOH à 50%. Un précipité va se former, ajouter quelques ml d'HCl concentré jusqu'à l'obtention d'une solution limpide et ajuster à 100 ml avec de l'eau distillée. Pipeter 10 ml de cette solution dans une fiole de 50 ml, lui ajouter 8 ml de sulfate d'hydrazine et 2 ml de molybdate

de sodium et ajuster à 50 ml avec de l'eau distillée. Mettre la solution dans un bain-marie bouillant pendant 15 mn, laisser refroidir puis lire l'absorption à 650 nm.

➤ **Expression des résultats**

Les résultats obtenus sont exprimés par la loi suivante :

$$\text{Phosphore}(\%) = \frac{[10 * (A - B)]}{W * V} * 100$$

Tel que :

**A** : la quantité de phosphore de l'échantillon en (mg).

**B** : la quantité de phosphore de la solution à blanc.

**W** : la quantité de la prise d'essai.

**V** : le volume final de la solution (ml).

## II.2.5 Humidité

➤ **Définition**

C'est la perte en masse que l'huile subit après chauffage à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  pendant 2 heures dans l'étuve, exprimée en pourcentage massique.

➤ **Principe**

Le principe est basé sur la détermination du poids de l'huile avant et après séchage à l'étuve. Toute diminution de poids après séchage indique la présence d'eau.

➤ **Matériels**

- Balance analytique.
- Etuve.
- Cristalliseur en verre de 70 mm de diamètre.

➤ **Mode opératoire**

Prendre une prise d'essai de 10 g de l'huile à analyser, puis sécher dans une étuve pendant une heure à une température de  $103^{\circ}\text{C} \pm 2$ . Refroidir dans un dessiccateur, Peser cette huile.

➤ **Expression des résultats**

Les résultats sont exprimés par la relation suivante :

$$\text{Humidité}(\%) = \frac{(P1 - P0)}{M} * 100$$

Tel que :

**H** : humidité (%).

**P<sub>0</sub>** : le poids du cristalliseur avec la matière grasse avant étuvage.

**P<sub>1</sub>** : le poids du cristalliseur avec la matière grasse après étuvage.

**M** : la masse de la prise d'essai.

## II.2.6 Couleur

➤ **Définition**

La couleur joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. En effet, elle est liée aux principaux constituants qui sont déterminés à leur maximum d'adsorption. Les chlorophylles et les caroténoïdes sont les principaux pigments rencontrés dans l'huile, et qui peuvent être affectés par de mauvaises conditions d'entreposage et aussi par le processus d'oxydation.

➤ **Principe**

La détermination de la couleur est effectuée par un colorimètre « Lovibond » constitué de deux séries de verres colorés : jaune et rouge, la couleur de l'huile est comparée à une couleur obtenue grâce à la superposition de ces verres colorés.



*Figure II-1 : Colorimètre lovibond*

➤ **Matériels**

- Plaque chauffante.
- Thermomètre.
- Colorimètre Lovibond.

➤ **Mode opératoire**

Verser l'échantillon à analyser dans la cellule du LOVIBOND, Puis déterminer la couleur correspondante en faisant la comparaison avec les lames de couleur standard. Puis la lecture se fait par le réglage de deux faces jusqu'à l'obtention de la même couleur des deux côtés, Ensuite il faut lire sur la planche les valeurs du jaune et du rouge.

➤ **Expression des résultats**

Les résultats s'expriment en termes de nombre d'unités jaune et rouge nécessaires pour l'obtention de la couleur correspondante.

## II.2.7 Impuretés

➤ **Définition**

Elles sont exprimées en pourcentage de matières insolubles et non volatiles dans les conditions opératoires.

➤ **Principe**

Traitement du produit par excès de solvant, filtration de la solution et lavage du résidu avec le même solvant puis séchage jusqu'à poids constant.

➤ **Réactifs**

Opérer avec un solvant exempt de résidu et de peroxydes et choisir selon le cas considéré le n -hexane ou à défaut l'éther de pétrole avec un point d'ébullition de 40 à 60°C et indice de brome inférieur à 1.

➤ **Matériels**

- Fiole conique de 250 ml avec bouchon rodé.
- Étuve réglée à 103 °C à 2 degrés près.
- Papier filtre sans cendre de 12 cm de diamètre.
- Vase métallique ou en verre doté d'un couvercle adapté.

➤ **Mode opératoire**

Agiter énergiquement l'échantillon à analyser, peser 40 gr à 0,001 gr près de matière grasse dans une fiole conique de 250ml et ajouter 200 ml de solvant, boucher et agiter jusqu'à solubilité complète de l'échantillon (chauffer légèrement si nécessaire), filtrer le contenu de la fiole à travers le filtre sans cendre préalablement, lavé avec le solvant, séché et taré.

Laver bien le filtre avec le solvant de telle manière à éliminer toute trace de corps gras. Retirer le filtre du vase puis sécher jusqu'à poids constant (la différence de deux pesés ne doit pas dépasser 0,001 gr). Effectuer un deuxième essai sur l'échantillon.

➤ **Expression des résultats**

Les résultats des impuretés sont exprimés comme suit :

$$\text{Impuretés (\%)} = \frac{P1 - P0}{M} * 100$$

Tel que :

**P<sub>1</sub>** : est le poids du filtre avec le résidu.

**P<sub>0</sub>** : est le poids du filtre sans le résidu.

**M** : est la masse de la prise d'essai.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux essais si les conditions de répétitivité sont remplies.

## **II.2.8 Chlorophylles**

### ➤ **Définition**

La chlorophylle est présente dans toutes les plantes qui réalisent une photosynthèse. La chlorophylle se caractérise par la couleur verte que prennent les plantes qui en contiennent (Elle absorbe toutes les couleurs sauf le vert, qui reste donc visible). C'est grâce à elle que les plantes parviennent à capter l'énergie solaire.

### ➤ **Principe**

La détermination de la chlorophylle est effectuée par spectrophotomètre visible, afin de lire les absorbances de l'huile par rapport au tétrachlorure de carbone.



**Figure II-2** : Spectrophotomètre UV visible.

➤ **Matériels**

- Spectrophotomètre UV- visible.
- Cuves de 50 mm de longueur, 10 mm de largeur et 40 mm de hauteur.

➤ **Mode opératoire**

Remplir la cuve d'huile chauffée au voisinage de 30°C, lire les absorbances de l'huile.

➤ **Expression des résultats**

Les résultats obtenus sont exprimés par la loi suivante :

$$\text{Chlorophylles (ppm)} = \frac{[A_{670} - (A_{630} + A_{710}) / 2]}{0.0964 * L}$$

Tel que :

**A** : l'absorbance à la longueur d'onde indiquée.

**L** : la longueur de la cuve en centimètre.

## *Chapitre III*

### *Résultats et discussions*

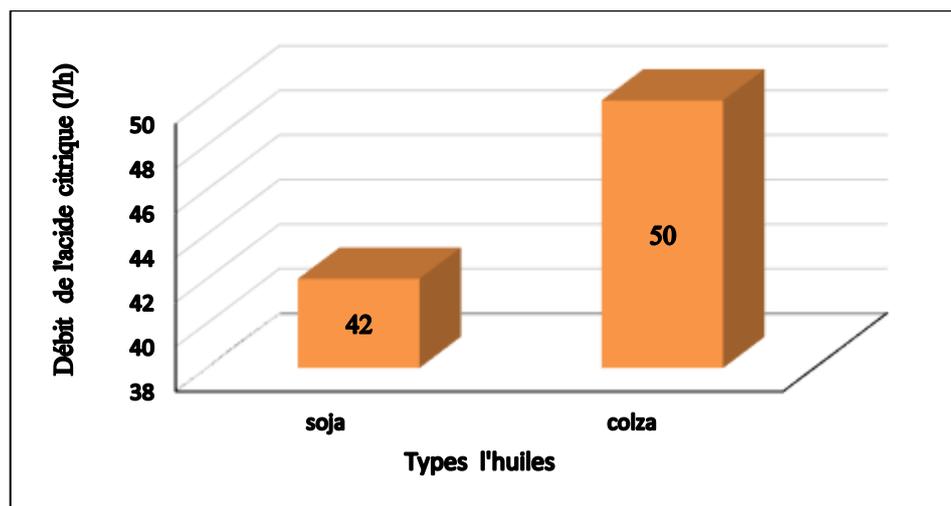
Ce chapitre sera consacré à la présentation et discussion de l'ensemble de résultats obtenus des analyses physico-chimiques des échantillons d'huile de soja et colza prélevés à la sortie du bac de stockage (huile brute HB), au niveau des séparateurs S1 et S3, du sécheur (huile neutralisée HN) et à la sortie de la section décoloration (huile décolorée HD) et à la sortie de la section La désodorisation (huile désodorisé).

Les huiles étudiées à savoir soja et colza subissent d'abord des dosages physico-chimiques en utilisant l'acide citrique, la soude NaOH et la terre décolorante afin de réduire la teneur en phospholipides, neutraliser les acides gras libres et obtenir des huiles saines, claires et brillantes, peu colorées et avec des caractéristiques organoleptiques neutres. Les analyses effectuées concernent la détermination de l'acidité, la couleur, le taux de phosphore et de chlorophylle et les traces de savon.

### III.1 Dosages physicochimiques des huiles de colza et soja

#### III.1.1 Dosage des huiles de colza et soja par l'acide citrique

La figure ci-dessous représente les différents dosages par l'acide citrique des deux huiles de soja et colza



*Figure III-1 : Débit de l'acide citrique ajouté aux huiles de soja et colza pendant le raffinage chimique (Dégommage)*

L'huile brute de colza contient un taux de phospholipides plus élevé que celle de soja, ce qui explique la quantité élevée d'acide citrique utilisé pour l'huile de colza par rapport

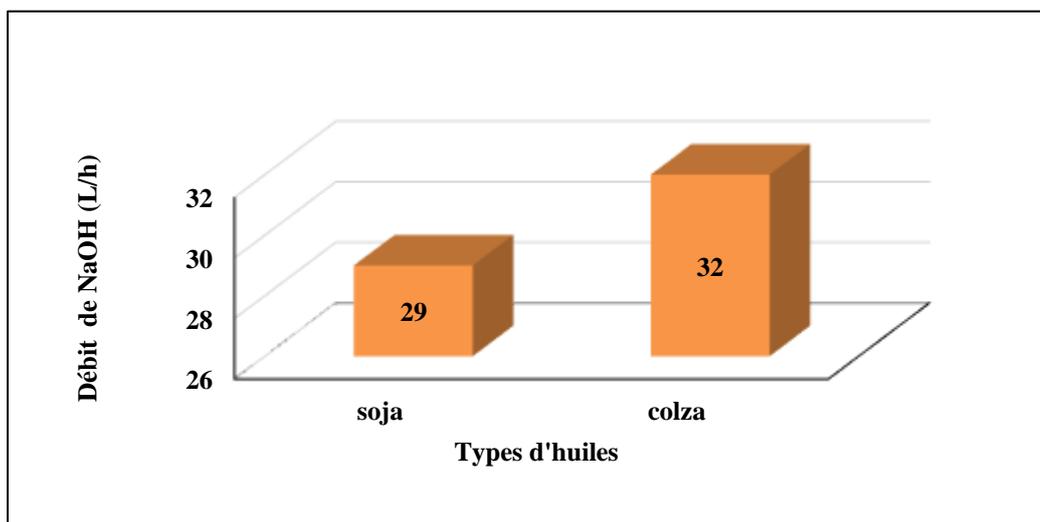
à l'huile de soja. En effet, pour dégommer une plus grande quantité de phospholipides, il est nécessaire d'utiliser une plus grande quantité d'acide citrique.

**Remarque :** la concentration massique de l'acide citrique utilisée est la même pour le traitement des deux huiles en l'occurrence le soja et le colza qui est autour de 42%.

En conclusion, le dosage d'acide citrique utilisé dans le processus de raffinage des huiles précédentes dépend du taux et de la qualité des phospholipides présents dans l'huile brute. Dans le cas de l'huile de colza ayant un taux de phosphores plus élevé que l'huile de soja (dans le lot traité actuellement), le dosage d'acide citrique utilisé pour la neutralisation doit être plus élevé afin de réduire efficacement la teneur en phospholipides et d'améliorer la qualité de l'huile (répondre à la norme).

### III.1.2 Dosage des huiles de colza et soja par la soude

La figure ci-dessous représente les différents dosages par la soude NaOH des deux huiles de soja et colza.



*Figure III-2 : Débit de NaOH ajouté à l'huile de soja et colza pendant le raffinage chimique.*

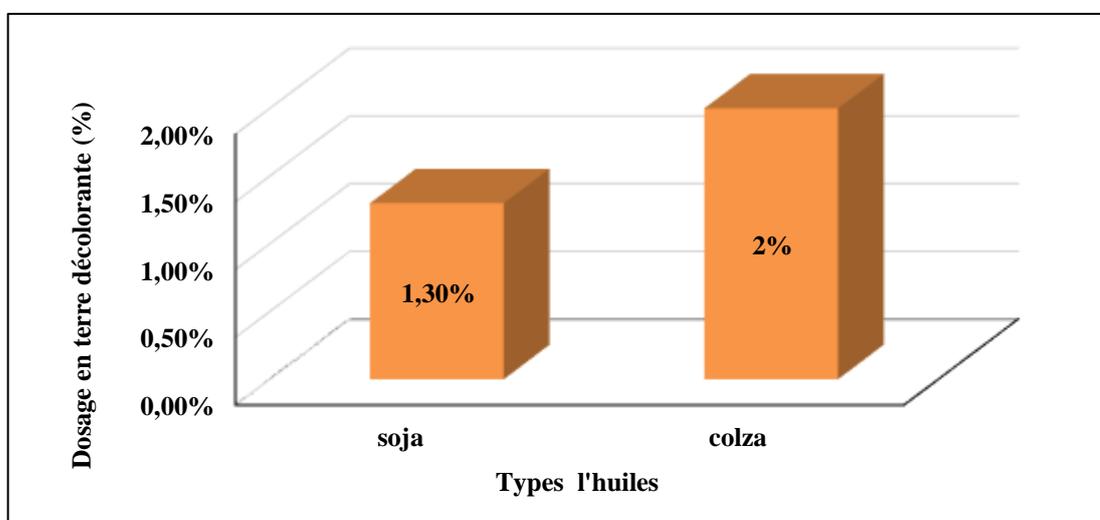
Le dosage de NaOH utilisé pour neutraliser les huiles dépend du niveau d'acidité de l'huile brute. Notons que l'huile de colza présente une acidité considérablement plus élevée que l'huile de soja, ceci s'explique par le fait que l'huile de colza peut contenir plus d'acides gras libres nécessitant une neutralisation (ce qui donne une acidité élevée à l'huile brute de

colza). Pour cette raison, nous avons constaté que le dosage en NaOH utilisé pour neutraliser l'huile de colza est plus élevé que celui utilisé pour l'huile de soja.

Cependant, le dosage optimal en NaOH des deux huiles peut également dépendre d'autres facteurs, tels que la quantité d'acide citrique ajoutée dans l'étape précédente et les résultats d'analyses de l'huile dégommée ou neutralisée dans cette étape. Il est donc important de suivre des protocoles spécifiques pour déterminer le dosage optimal en NaOH pour chaque type d'huile afin d'assurer une neutralisation efficace et cohérente et atteindre les objectifs liés principalement à la qualité, le coût et le délai.

### III.1.3 Dosage des huiles de colza et soja par la terre décolorante

La figure ci-dessous représente les différents dosages en terre décolorante des deux huiles de soja et colza.



*Figure III-3 : Quantité en pourcentage de la terre ajoutée à l'huile de soja et colza pendant le raffinage physique.*

Les huiles de soja et colza sont traitées par la terre décolorante avec un dosage de 1,3% pour le soja et de 2% pour le colza. Cette différence de quantité de terre ajoutée est due aux couleurs des deux huiles (jaune et rouge) ainsi qu'aux taux de chlorophylle de chacune d'elles. En général, plus la teneur de ces deux paramètres (chlorophylle, couleur ...) est élevée, plus importante sera la quantité de terre décolorante nécessaire à utiliser afin d'obtenir un produit fini décoloré répondant à la norme et à l'aspect souhaité. Ainsi, la quantité de terre décolorante utilisée peut varier en fonction de la qualité de l'huile et du

niveau de décoloration souhaité c'est pourquoi il est important d'ajuster la quantité de terre décolorante en fonction de la teneur en chlorophylles et de la qualité de l'huile brute ainsi que le débit d'huile durant le processus pour garantir une décoloration efficace et économique.

### III.2 Analyses physicochimiques des huiles de soja et colza

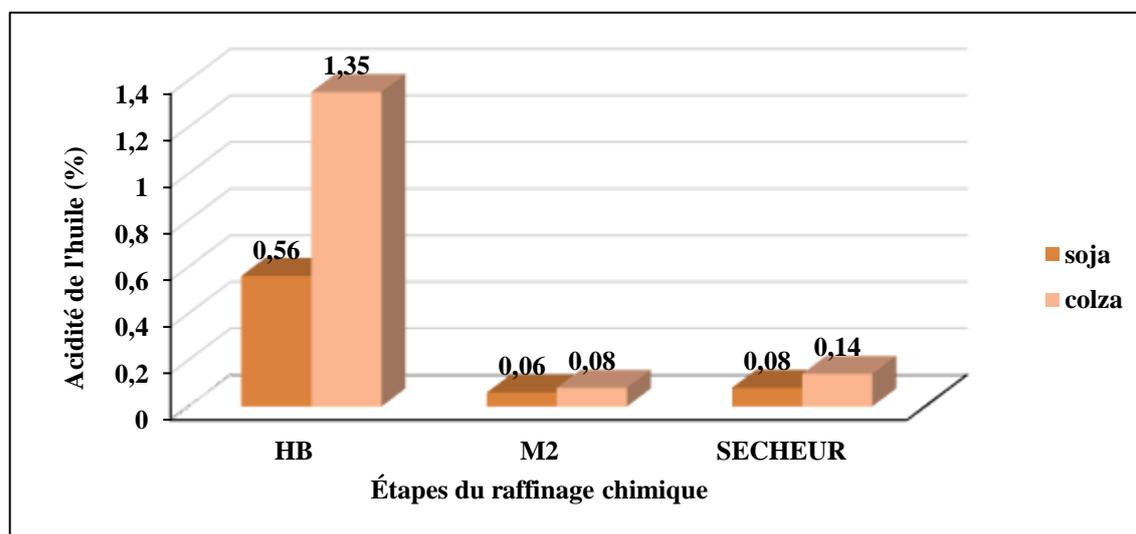
Les analyses de l'acidité, du taux de phosphore, de la couleur, du taux de chlorophylle et des traces de savon dans les huiles de soja et colza, après leurs dosages avec l'acide citrique, la soude et la terre décolorante, sont représentées ci-dessous.

#### III.2.1 Evolution de l'acidité au cours du raffinage chimique des huiles de soja et colza.

Les résultats de l'évolution de la moyenne de l'acidité, des échantillons d'huile prélevés, au cours du processus de raffinage, au niveau du bac de stockage et de la section neutralisation, sont représentés sur le tableau et la figure ci-après.

*Tableau III-1: Résultats d'analyses de l'acidité des échantillons d'huiles de soja et colza*

Point de prélèvement	Acidité huile soja (%)	Normes Entreprise (%)	Acidité huile colza (%)	Normes Entreprise (%)
Entrée du bac de stockage (Huile brute)	0.56	< 2	1,35	< 2
Mélangeur	0,06	0.08	0,08	0,08
Sécheur	0,08	< 0.08	0,14	< 0.08



*Figure III-4 : Evolution de l'acidité au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de colza et soja.*

Les valeurs d'acidité des huiles brutes de soja et colza sont de l'ordre de 0,56 %, et 1,35% respectivement. Nous constatons que les deux valeurs répondent à la norme ISO 660, appelée norme d'installation ( $< 2$  %). Les résultats obtenus pour les huiles brutes de soja et colza suggèrent que l'extraction et le stockage ont été réalisés de manière appropriée, ce qui a permis d'obtenir des huiles de bonne qualité.

La différence d'acidité entre ces deux huiles peut s'expliquer par plusieurs facteurs. Tout d'abord, les deux huiles proviennent de plantes différentes, ayant des compositions en acides gras différentes, ce qui peut influencer leur niveau d'acidité. De plus, le processus d'extraction peut varier d'une huile à l'autre, rajouter les conditions de stockage des graines avant extraction tous ces facteurs peuvent également avoir un impact sur le niveau d'acidité final.

D'après la figure III.4, il est observé que les acidités des huiles de soja et colza, après la neutralisation avec de la soude NaOH au niveau du mélangeur 2, diminuent considérablement jusqu'à 0,06% et 0,08% respectivement.

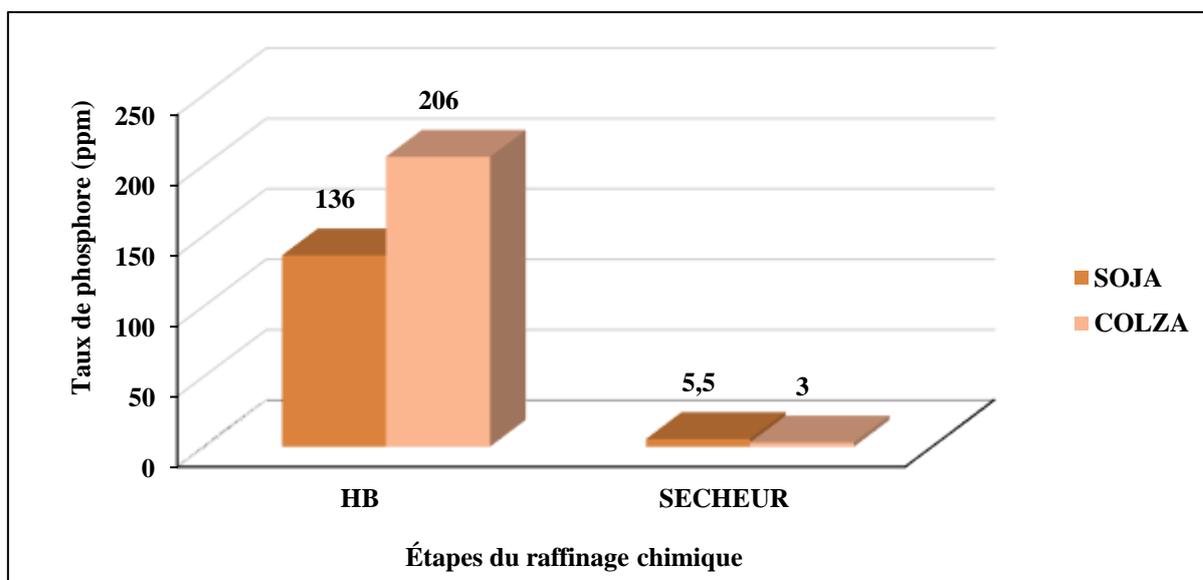
Cependant, après le sécheur, une légère augmentation de l'acidité est constatée. Cette augmentation peut être due à la présence de traces de savon résiduelles qui se décomposent en acides gras libres en présence d'acide citrique, dans l'huile au niveau du séparateur de lavage.

**III.2.2 Evolution du taux de phosphore du raffinage chimique au niveau de la section neutralisation des huiles de soja et colza.**

Les valeurs moyennes de l'évolution du taux de phosphore, au cours du processus de raffinage, au niveau du bac de stockage et de la section neutralisation, sont représentés sur le tableau et la figure ci-après.

*Tableau III-2: Résultats d'analyses du taux de phosphore dans les échantillons d'huiles de soja et colza*

Point de prélèvement	Taux de phosphore (ppm) huile soja	Taux de phosphore (ppm) huile colza	Normes Entreprise
Bac de stockage (Huile brute)	136	206	< 200
Section neutralisation : Sécheur	5,5	3	5 à la sortie sécheur



*Figure III-5 : Evolution du taux de phosphore au cours des différentes étapes du raffinage chimique des huiles de colza et soja*

D'après les résultats montrés dans la figure III.5, on constate que la teneur en phosphore de l'huile brute de soja est conforme à la norme par contre on a noté une légère augmentation de ce paramètre pour l'huile brute de colza ce qui peut s'expliquer par la composition des graines, les méthodes d'extraction de l'huile et le traitement post-extraction.

Après séchage, l'huile de colza enregistre une baisse considérable conformément à la norme ce qui peut s'expliquer par un bon ajustement du dosage de l'acide citrique au niveau du mélangeur 5 et d'une bonne séparation au niveau du séparateur de lavage.

Nous avons constaté, également, une augmentation du taux de phosphore de l'huile de soja au niveau du sécheur ce qui peut s'expliquer par plusieurs facteurs comme :

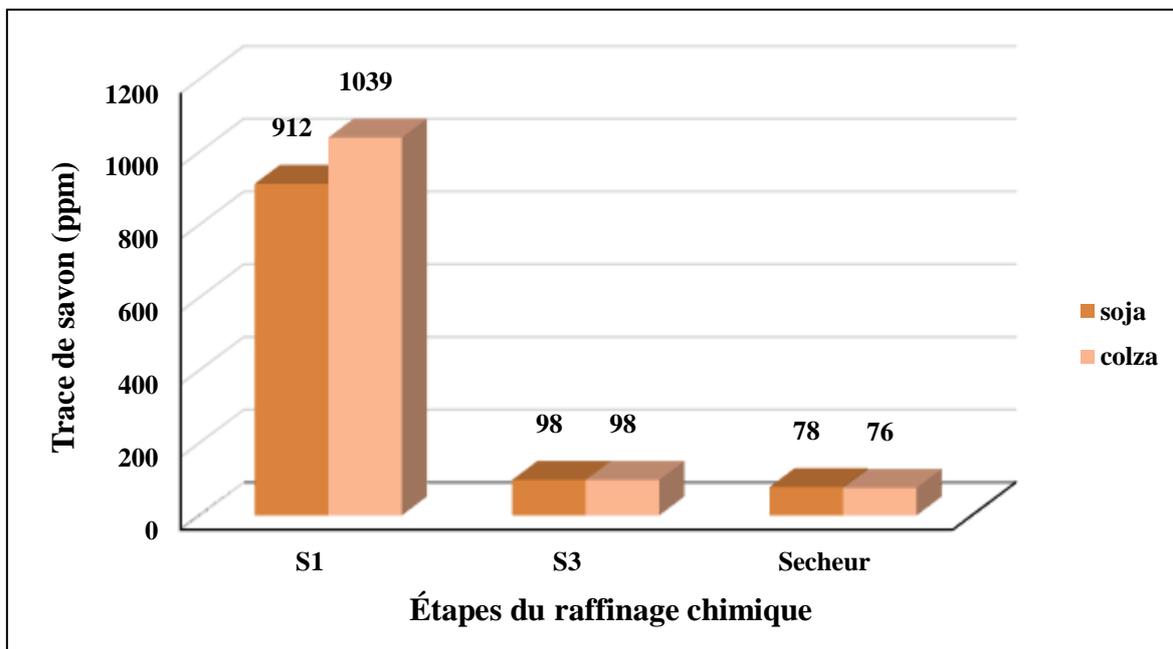
- Un dosage insuffisant de l'acide citrique
- Une mauvaise séparation des phases.

### III.2.3 Evolution des traces des savons au cours des différentes étapes du raffinage chimique au niveau de la section neutralisation des huiles de soja et colza.

Les valeurs moyennes des résultats d'analyses des traces de savon dans les échantillons d'huile de soja et colza, pris dans la section neutralisation, sont présentées dans le tableau et la figure qui suivent.

*Tableau III-3: Résultats d'analyses des traces de savon des différents échantillons d'huile de soja et colza.*

Point de prélèvement	Résultats (ppm) Soja	Résultats (ppm) Colza	Normes
Séparateur N°1	912	1039	1000
Séparateur N°3	98	98	100
Sécheur	76	78	90



*Figure III-6 : Evolution des traces de savon au cours du passage des huiles de colza et soja par la section neutralisation.*

Selon les résultats de l'analyse, les traces de savon présentes dans le séparateur 1 pour l'huile de soja sont de l'ordre de 912 ppm. Celles-ci sont conformes aux normes, ce qui indique un bon fonctionnement du séparateur pour cette huile. Cependant, pour l'huile de colza, les traces de savon sont égales à 1039 ppm. Nous avons constaté que ces valeurs sont plus élevées que la norme, ce qui suggère une mauvaise séparation dans ce cas.

En revanche, les résultats montrent que les traces de savon dans le laveur séparation 3 pour les deux huiles soja et colza sont conformes aux normes, avec une concentration de 98 ppm, indiquant un bon fonctionnement du laveur 3.

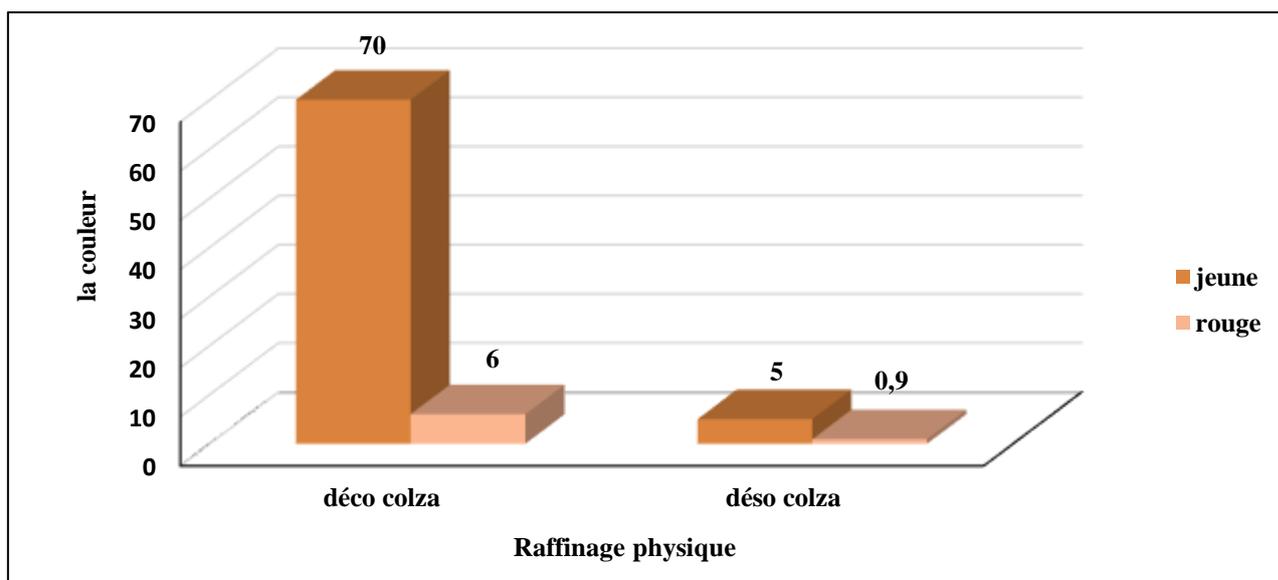
En ce qui concerne le sécheur, les traces de savon sont de 76 ppm pour l'huile de soja et de 78 ppm pour l'huile de colza. Ces valeurs se situent dans les limites acceptables, ce qui suggère un bon fonctionnement du sécheur pour les deux types d'huiles.

**III.2.4 Evolution de la couleur au cours du raffinage physique des huiles de soja et colza.**

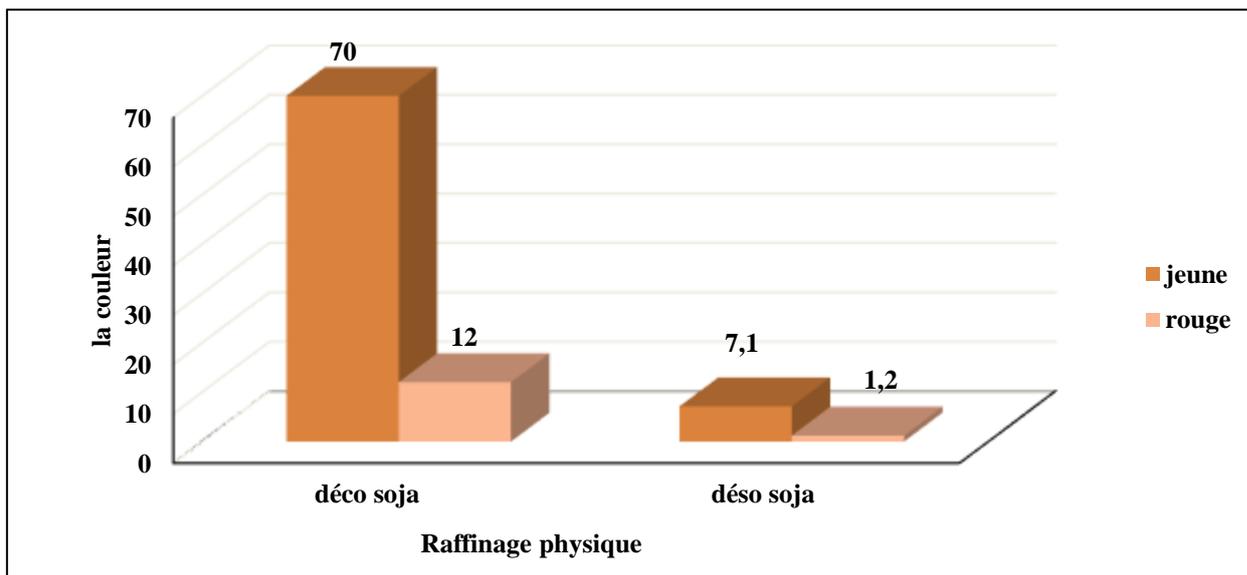
Les résultats de l'évolution moyenne de la couleur des échantillons d'huiles de soja et colza recueillis, au cours du procédé de raffinage, au niveau du bac de stockage (huile brute) et des sections décoloration et désodorisation, sont rassemblés le tableau et les figures qui suivent.

*Tableau III-4: Résultats d'analyses de couleur des échantillons d'huile de soja et colza.*

Type de l'huile	Huile brute	Norme		Huile décoloration	Huile Désodorisée	Norme	
		Jaune	Rouge			Jaune	Rouge
SOJA	_____	J=50	R=5	J=70 R=7,1	J=12 R=1,2	J=12	R=1,2
COLZA	_____	J=50	R=5	J=70 R=5	J=6 R=0,9	J=12	R=1,2



*Figure III-7 : Evolution de la couleur de l'huile de colza au cours du raffinage physique*



**Figure III-8 :** Evolution de la couleur de l'huile de soja au cours du raffinage physique

D'après les résultats obtenus, on constate une diminution progressive de la couleur pour l'huile analysée à différentes étapes du procédé de raffinage physique utilisé. Dans les sections décoloration et désodorisation, l'intensité de couleurs jaune/rouge diminue de 70/7,1 jusqu'à 12/1,2 et de 70/5 jusqu'à 6/0,9 pour les huiles de soja et colza respectivement. Cela peut s'expliquer par le phénomène d'adsorption physique sur la surface de la terre décolorante activée par traitement acide, qui permet de capter une grande partie de pigments colorés tels que la chlorophylle présente dans l'huile d'une part et l'effet positif de la colonne de désodorisation (décoloration thermique) sur la couleur des huiles, grâce à la température élevée variant de 235 à 245°C sous pression de 2 mbar d'autre part, ajouté à cela le barbotage avec la vapeur sèche.

### III.2.5 Evolution du taux de la chlorophylle au cours du raffinage physique des huiles de soja et colza

Les valeurs moyennes du taux de chlorophylle des huiles de soja et colza au niveau du bac de stockage et à la sortie de la section désodorisation sont récapitulées dans le tableau ci-dessous.

**Tableau III-5: Résultats** du taux de chlorophylle dans les échantillons d'huile de soja et colza

Type d'huile	Taux de chlorophylle huile brute (ppm)	Norme	Taux de chlorophylle huile désodorisation (ppm)	Norme
SOJA	3,3	9	0	0,05
COLZA	58	9	0	0,05

Le processus de désodorisation des huiles de soja et colza entraîne une légère diminution de la teneur en chlorophylle. Cette réduction peut être expliquée par l'adsorption de la chlorophylle par la terre décolorante utilisée. En d'autres termes, la terre décolorante agit comme un agent d'absorption de la chlorophylle, ce qui conduit à une diminution de sa présence dans les huiles après le processus de décoloration.

# *Conclusion Générale*

A l'issue de notre stage au niveau du complexe agroalimentaire **CEVITAL**, nous avons pu assister et suivre les différentes étapes du raffinage des différentes huiles végétales que ce soit des huiles destinées pour de la transformation ultérieure ou bien des huiles conditionnées et consommées directement. Dans notre cas on s'est intéressé plus particulièrement au suivi du raffinage physico-chimique des huiles de colza et soja.

Afin d'aboutir aux mêmes résultats exigés par le client, chaque huile est traitée différemment. Le processus du raffinage est constitué principalement de quatre étapes à savoir : le dégommeage, la neutralisation chimique, la décoloration physique enfin la désodorisation physique.

Les huiles de soja et colza sont issues de deux plantes différentes ce qui leur confèrent par conséquent des compositions différentes nécessitant alors des traitements bien spécifiques. La différence de traitement réside en la variation des dosages chimiques, les temps de séjour, ainsi que les températures de travail.

Le principal objectif à atteindre, à travers toutes ces opérations unitaires, est la purification et l'élimination des produits indésirables tels que les produits d'oxydation, les phospholipides, la chlorophylle, les résidus d'herbicides et pesticides et l'odeur. Il vise aussi à réduire la couleur pour un meilleur aspect commercial tout en préservant ses valeurs gustatives, sa pureté et sa stabilité lors des conservations ou stockage dans le temps.

En effectuant des analyses précises des paramètres physico-chimiques tout au long du processus de raffinage, nous avons pu détecter les variations et les éventuels problèmes, permettant ainsi d'apporter les ajustements nécessaires pour améliorer la qualité des huiles de soja et colza. De plus, les dosages précis que nous avons réalisés ont permis de quantifier les composés et substances présents dans les huiles, assurant ainsi leur conformité et leur adéquation à la consommation.

Les différents résultats des analyses et dosages physico-chimiques effectués, à savoir le taux de phosphore, l'acidité, les traces de savon, la couleur, la chlorophylle, dosage par l'acide citrique, la soude (NaOH), et la terre décolorante, ont abouti aux remarques et conclusions suivantes :

➤ Pour la teneur en phosphore de l'huile brute de soja, la valeur trouvée est de 136 ppm, celle est conforme à la norme (< 200 ppm), par contre on a noté une légère augmentation de

ce paramètre pour l'huile brut de colza. La valeur enregistrée est de l'ordre de 206 ppm. Après le sécheur, les valeurs obtenues sont de l'ordre de 3 et 5.5ppm pour les huiles de colza et soja respectivement. Nous constatons que la teneur en phosphore de l'huile de colza dépasse légèrement les conformes (< 5ppm).

➤ Concernant l'acidité des huiles de soja et colza, les résultats sont conformes aux normes :

- ≤ 2% dans le bac de stockage (huile brute).
- ≤ 0.08% dans la section dégomme et neutralisation (mélangeur).
- ≤ 0.08%) au niveau du sécheur.

➤ Au niveau du séparateur 1, nous avons enregistré une légère augmentation par rapport aux normes (< 1000ppm) de la valeur des traces de savon pour huile de colza. Cette dernière est de l'ordre de 1039 ppm. Concernant le soja la valeur est de 912 ppm.

➤ Dans le séparateur 3 et le sécheur nous avons obtenus des valeurs conformes aux normes 100 ppm et 90ppm pour le soja et colza respectivement.

➤ Les analyses de couleur ont montré que dans les sections décoloration et désodorisation, les couleurs (jaune / rouge) diminue de 70/7.1 jusqu'à 12/1.2 et de 70/5 jusqu'à 6/0.9 pour les huiles de soja et colza respectivement.

➤ Les valeurs du taux de chlorophylle de l'huile brute de soja et colza à la sortie de désodorisation sont conformes aux normes.

Notre engagement envers le contrôle de qualité et l'amélioration continue du processus de raffinage est essentiel pour maintenir des normes de production élevées. En surveillant attentivement toutes les étapes, nous veillons à ce que les huiles produites dans le complexe **CEVITAL** de Bejaia soient exemptes de défauts et répondent aux attentes des consommateurs.

## *Liste bibliographie*

- [1] : Uzzan A. (1980). Corps gras in les aliments. Trémolieres J, Serville Y, Jacquot R, Dupin H. Edition: ESF. Paris, pp. 212-238.
- [2] : Cheftel J-C et Cheftel H. (1977). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Edition : Tec et doc. Lavoisier. Paris. 303p.
- [3] : Odile Morin., Xavier Pagès-Xatart-Parès (2012). Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel, ITERG, France.
- [4] : De BRUNETON Jean. (2009). Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. 4eed p142-143 -156... 174
- [5] : K. ChallaL et K. Bouabdellah. Etude de la décoloration des huiles alimentaires. Mémoire de master université de Bejaia, Algérie 2010
- [6] : Cheftel J C et Cheftel H. (1977). Introduction à la biochimie et technologie des aliments ED. Tec doc, Lavoisier, Paris, T1. 240-300,381p.
- [7] : TOUITOU Y. 2006 : Biochimie : structure des glucides et lipides. P31-33-34-35.
- [8] Véronique OLLIVIER, France Jacques Artaud. (2015) analyses des macromolécules biologiques, éditions T.I, Marseille, France.
- [9] : GUIGNARD J.L. 2000 : Bases de l'autotrophie végétale. « Biochimie végétale ». Éd.2. Dunod, Paris : P8.
- [10]: Pomeranz, Y., & Meloan, C. E. (2008). Food Analysis: Theory and Practice (Vol. 1). Springer Science & Business Media.
- [11]: Gunstone, F. D., John, A. M., & Padley, F. B. (2004). The Lipid Handbook (3rd ed.). CRC Press.
- [12]: Hussain, A. I., Anwar, F., Sherazi, S. T. H., & Przybylski, R. (2008). Chemical composition, antioxidant and antimicrobial activities of basil (*Ocimum basilicum*) essential oils depends on seasonal variations. Food Chemistry, 108
- [13] : Laurine BOGAERT, Thèse présentée pour l'obtention du grade de Docteur de l'UTC Spécialité : Génie des Procédés Industriels et Développement Durable, 2008.

[14]: de W Shurtleff · 2011 · Cité 8 fois — In 1912 he wrote one of the most important books to date about soybeans and soyfoods in Europe. He was the first person from East Asia to think ...

[15] : ALAIS C., LINDEN G. et NICLO L. (2004). Biochimie alimentaire. Ed DUNOD. (250P).

[16]: SETH S., AGRAWAL Y.C., GHOSH P.K., JAYAS D.S. and SINGH B.P.N. 2007: oil extraction rates of soya bean using isopropyl alcohol as solvent. Biosystems engineering. Vol. 97: P 209-210.

[17]: <https://www.fopoleopro.com/la-fop/nos-cultures/soja-2/>.

[18] : Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Roelstraete L., VanuxeemM., Vidal D., (2002). Les corps gras : Entre tradition et modernité. Dess Qualimapa (Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires), Institut AgroAlimentaire de Lille Université des Sciences et Technologies de Lille, Institut d'Administration des Entreprises de Lille, pp 21-64.

[19] : <https://epices-review.fr/huile-soja/>

[20] : H.Lamballais. Les aliments. Ed. Maloine. (1989) 94-102.

[21] : I.Debruyne.Soja : transformation et aspects industriels. Techniques d'ingénieur. (2001)1- 6

[22] : Platon, J. F. raffinage de l'huile de soja. AMERICAN SOYBEAN ASSOCIATION. Ed, 1988. 30p.

[23] : [www.pistor.ch/graissees](http://www.pistor.ch/graissees).Huile de soja p 28-39

[24] : Karleskind, A., (1992). Manuel des corps gras, tome II, édition Lavoisier.Paris.  
P 1560- 1578.

[25] : <https://jardinage.ooreka.fr/plante/voir/160/colza>

[26] :[https://fr.freepik.com/photos-premium/champ-colza-vert-gousses-graines-colza-tiges-colza\\_31689931.htm](https://fr.freepik.com/photos-premium/champ-colza-vert-gousses-graines-colza-tiges-colza_31689931.htm)

- [27] : [https://www.bayer-agri.fr/avoscotes/varietes-colza-avez-vous-fait-votre-choix\\_5239/](https://www.bayer-agri.fr/avoscotes/varietes-colza-avez-vous-fait-votre-choix_5239/)
- [28]: <https://www.fncg.fr/produits/nos-matieres-premierres/>
- [29]: Eskin N. (2016).RapeseedOil/ Canola.In : “Encyclopedia of Food and Health”.Caballero B., FinglasP.M.,Toldrá F. (Ed). Academic Press. Pp 581-585.
- [30]: Wanasundara J., Tan S., Alashi A.,Pudel F et Blanchard C. (2017).Proteinsfrom canola/Rapessed :currentstatus. In: “sustainableprotein sources”. Sundarshan R., Nadathur W et Laurie S. (Ed). Academic press.Pp285-304.
- [31] : Kaiser D., Handschin S., Rohr R., Bachier Set Grabenweger G. (2020).Co-formulation of Beauveriabassiana with natural substances to control pollen beetles-synergy between fungal spores and colza oil. Biological Control, 140: 104106.
- [32] : <https://paysans-artisans.be/les-producteurs/ferme-de-la-cour/>
- [33] : BOGAERT, L. (2017, décembre 08). étude et modélisation du pressage continu des graines oléagineuses. thèse: de docteur de l’utc université technologie compiégne.
- [34] : « Données statistiques récoltes des graines oléagineuses », Terre Inovia, 2019. <https://www.terresinovia.fr/>
- [35] : R. Savoie, « Etude multi-échelles de la séparation solide – liquide dans la trituration du lin oléagineux », Grade de Docteur de l’UTC, Université de technologies de compiégne, Compiègne, 2008.
- [36] : X. Pagès-Xatart-Parès, « Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales) », Techniques de l’ingénieur, vol. F6070, p. 28, 2008.
- [37] : DebruyneI. (2001). Transformation et aspects industriels, technique de l’ingénieur, traité agroalimentaire 6030. Pp. 1 – 12
- [38]: BERK Z. 1992: «Technology of production of edible flours and protein products from soybeans». FAO agricultural services bulletin. N°97.
- [39]: BUCK D.F. 1981: Antioxydants in Soya Oil. JAOCS : P 275.

- [40] : GAGNON, Y. (2021, décembre 17). Étude de l'extraction des huiles végétales. Étude de l'extraction des huiles végétales en milieu aqueux assistée par des tensioactifs la these:de docteur de l'utc, allinace sorbonne université.
- [41] : C. Aissani et H. Ait Annane. Evaluation de pertes en huile de soja a la neutralisation au cours du raffinage chimique. Mémoire de master université de Bejaia, Algérie 2013.
- [42] : HALOUANE.S d'évaluation des pertes en huile de soja à la neutralisation au cours du raffinage chimique au niveau de CO.G.B.Labelle(Bejaïa), Mémoire de master 2016. p 14.
- [43]: Dijkstra, A.J., 1998, Degumming revisited, Oléagineux Corps gras Lipides, 5 : 367-370.
- [44] : Cheftel J. C., Cheftel H. (1977). Les principaux systèmes biochimiques alimentaires : Comportement au cours des traitements in introduction à la biochimie et à la technologie des Aliments. Ed Tec & Doc, Lavoisier, Paris : p. 252-254.
- [45] : Graille J. (2003). Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris : p. 23-366.
- [46] : Helme J. P. (1984). Influence des techniques sur la qualité des produits alimentaires Dans les industries des corps gras. p .33-125.
- [47] : Apfelbaum M., Forra C., Nillus P. (1999). Aliments diététiques et technologies Particulières, lipides d'assaisonnement in Diététique et nutrition. Ed. Masson, Paris : p. 459-336
- [48]: KAYNAK G, ERSOZ M, KARA H. Investigation of the properties of oil at the bleaching Unit of an oil refinery. Journal of Colloid and Interface science, 2004, Vol.280, n°.01, p.131-138.
- [49] : François R. Les industries des corps gras. Ed Lavoisier: Paris, 1974. PP: 32-138.
- [50] : O'Brien R. D.(2009). Fat and oils, formulating and processing for applications. Taylor & Francis Group.pp. 8-10.
- [51] : Denise J. (1992). Raffinage Des Corps Gras : « Manuel Des Corps Gras ». Tome 2éd Tec et Doc-Lavoisier. Paris.pp77.

- [52] : Denise J.(1992). Raffinage des corps gras: "Manuel des corps gras ", Paris. ISBN : - 85206-662-9. P. 789- 88
- [53] : SELADJI W. Décoloration d'une huile végétale de colza par différentes terres activées. Mémoire d'ingénieur. Université de Tlemcen, 2004.
- [54] : Graille J. (2003). Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec et Doc, Lavoisier, Paris : p. 23-366.
- [55] : Helme J. P. (1984). Influence des techniques sur la qualité des produits alimentaires dans les industries des corps gras. p .33-125.
- [56] : Cossut J. (2002). Les corps gras : Entre tradition et modernité. Projet de recherche. DESS en QUALIMAPA. Université de Lille (France) : p. 111.
- [57] : Apfelbaum M., Forra C., Nillus P. (1999). Aliments diététiques et technologies Particulières, lipides d'assaisonnement in diététique et nutrition. Ed. Masson, Paris : p. 459-336
- [58] : BAUCHE.K et BENMEDDOUR.C Evaluation des caractéristiques Physicochimiques des huiles végétales (soja et tournesol) au cours du raffinage enzymatique (Cevital), Mémoire de master 2010, p 9.
- [59] : Morin O et Pagès X. (2002). L'industrie des corps gras additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires. Multon J-L. Edition: Tec et doc Lavoisier. Paris, pp. 627-650.

## *Résumé*

Pendant notre stage au complexe agroalimentaire CEVITAL, nous avons suivi les étapes du raffinage des huiles de colza et de soja. Chaque huile nécessite un traitement spécifique pour éliminer les produits indésirables et préserver leur qualité. Les analyses physico-chimiques ont permis de détecter des variations et de résoudre les problèmes potentiels. Les résultats ont montré que les taux de phosphore et d'acidité étaient conformes aux normes, tandis que les traces de savon étaient généralement conformes aux normes. La décoloration et la désodorisation ont réduit la couleur des huiles, et les taux de chlorophylle ont respecté les normes après le processus de désodorisation. Nous accordons une grande importance au contrôle de qualité pour assurer que les huiles produites répondent aux attentes des consommateurs.

## *Abstract*

During our internship at the CEVITAL agri-food complex, we followed the steps involved in refining rapeseed and soybean oils. Each oil requires specific treatment to eliminate undesirable products and preserve its quality. Physico-chemical analyses were used to detect variations and resolve potential problems. Results showed that phosphorus and acidity levels were in line with standards, while traces of soap were generally within norms. Decolorization and deodorization reduced oil color, and chlorophyll levels were within standards after the deodorization process. We place great emphasis on quality control to ensure that the oils we produce meet consumer expectations.